



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”

**Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Elétrica**

**Identificação de Adulteração de Leite Bovino pelo  
Método de Propagação de Onda em Meio Material  
Utilizando Diafragmas Piezelétricos**

**Marcos Messias dos Santos Junior**

Bauru – SP

2019

**Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Elétrica**

**Identificação de Adulteração de Leite Bovino pelo  
Método de Propagação de Onda em Meio Material  
Utilizando Diafragmas Piezelétricos**

**Marcos Messias dos Santos Junior**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Bauru, como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Orientador: Prof. Dr. José Alfredo Covolan Ulson

Coorientadores: Prof. Dr. Fernando de Souza Campos e Dra. Maria Izabel Merino de Medeiros

Bauru – SP

2019

Santos Junior, Marcos Messias.

Identificação de Adulteração de Leite Bovino Pelo Método de Propagação de Onda em Meio Material Utilizando Diafragmas Piezelétricos / Marcos Messias dos Santos Junior, 2019  
60 f.

Orientador: Prof. Dr. José Alfredo Covolan Ulson

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia, Bauru, 2019.

1. Diafragma piezelétrico. 2. Baixo custo. 3. Adulteração de leite bovino. 4. Qualidade do leite. 5. Técnica cromática. I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. II. Título.

**ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE MARCOS MESSIAS DOS SANTOS JÚNIOR, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA, DA FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE BAURU.**

Aos 04 dias do mês de novembro do ano de 2019, às 14:00 horas, no(a) Anfiteatro do DTI / FEB, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. JOSÉ ALFREDO COVOLAN ULSON - Orientador(a) do(a) Departamento de Engenharia Elétrica / Faculdade de Engenharia de Bauru - UNESP, Prof. Dr. BRENO ORTEGA FERNANDEZ do(a) Departamento de Engenharia Elétrica / Centro Universitário de Lins - UNILINS, Prof. Dr. MARCELO NICOLETTI FRANCHIN do(a) Departamento de Engenharia Elétrica / Faculdade de Engenharia de Bauru - UNESP, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de MARCOS MESSIAS DOS SANTOS JÚNIOR, intitulada **IDENTIFICAÇÃO DE ADULTERAÇÃO DE LEITE BOVINO PELO MÉTODO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA EM MEIO MATERIAL UTILIZANDO CÁPSULAS PIEZELÉTRICAS**. Após a exposição, o discente foi arguido oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: APROVADO . Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos membros da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. JOSÉ ALFREDO COVOLAN ULSON

Prof. Dr. BRENO ORTEGA FERNANDEZ

Prof. Dr. MARCELO NICOLETTI FRANCHIN



PROPOSTA DE ALTERAÇÃO DO TÍTULO


A COMISSÃO EXAMINADORA PROPÕE A ALTERAÇÃO DO TÍTULO DO TRABALHO DO ALUNO:  
MARCOS MESSIAS DOS SANTOS JUNIOR

DE: "IDENTIFICAÇÃO DE ADULTERAÇÃO DE LEITE BOVINO PELO MÉTODO DE PROPAGAÇÃO DE ONDA EM MEIO MATERIAL UTILIZANDO CÁPSULAS PIEZELÉTRICAS"

PARA:

IDENTIFICAÇÃO DE ADULTERAÇÃO de leite bovino  
pelo método de propagação de ondas mecânicas em  
meio material utilizando DIAFRAGMAS  
piezoeletricos

Bauru, 04 de novembro de 2019.



Prof. Dr. José Alfredo Covolan Ulson  
Orientador

## **Agradecimentos**

À minha família e namorada pelo suporte.

Ao meu orientador Prof. Dr. José Alfredo Covolan Ulson, coorientador Prof. Dr. Fernando de Souza Campos e Me. Bruno Albuquerque de Castro pela orientação técnica e cobrança durante todo o trabalho.

À minha coorientadora Dra. Maria Izabel Merino de Medeiros pela orientação com assuntos relacionados ao leite, que é sua especialidade de pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro recebido nesta pesquisa.

## RESUMO

O leite é um alimento de alto valor nutritivo e de extrema importância na dieta alimentar especialmente de gestantes, crianças e idosos. Entre os alimentos mais consumidos está o leite bovino, o qual tem sido alvo de adulterações por diversas substâncias em todo o mundo por motivações econômicas, muitas vezes colocando em risco a saúde do consumidor. No controle de adulterações no leite, sensores aplicados na indústria alimentícia são ferramentas importantes para o controle de qualidade. Atualmente, as análises disponíveis no mercado para verificação de possíveis adulterações no leite geralmente são custosas e/ou demoradas, devido a necessidade de ambiente laboratorial e utilização de equipamentos de alto valor. Portanto, é de extrema importância, o desenvolvimento de metodologias e sensores de triagem para identificação de adulterantes no leite que sejam viáveis economicamente e de fácil acesso e utilização. Neste intuito, este estudo utilizou diafragmas transdutores piezelétricos para implementar uma metodologia que identificasse adulterações no leite por meio do método de propagação de ondas mecânicas (vibração e emissão acústica). Leite pasteurizado puro e padronizado e três substâncias comumente encontradas nos casos de adulteração do leite (peróxido de hidrogênio, ureia e bicarbonato de sódio) foram utilizados para as análises. Foi desenvolvido em impressora 3D um dispositivo para a inserção das amostras de leite a serem analisadas, onde dois diafragmas piezelétricos foram adaptados. O primeiro foi excitado por um sinal chirp com 1 V de amplitude, faixa de frequência desde 0 a 65 kHz com 2 Hz de passo e duração de 1,2 segundo, e concomitantemente o sinal de resposta foi obtido do segundo sensor instalado do lado oposto do atuador com a taxa de aquisição de 250 kHz. Depois de obter os dados, estes foram processados utilizando a técnica cromática, que extrai três características: energia, banda média e largura de banda equivalente, com a finalidade de classificar o leite puro e o leite adulterado através de agrupamentos. Os resultados experimentais indicaram que a metodologia pode diferenciar leite puro das três adulterações estudadas nas concentrações de 0,5% e 1%. Portanto, os resultados relatados neste estudo indicam que diafragmas piezelétricos de baixo custo são promissores na identificação de adulterações no leite bovino.

Palavras-chave: diafragmas piezelétricos, baixo custo, adulteração de leite bovino, qualidade do leite, técnica cromática.

## ABSTRACT

Milk is a food with high nutritional value and extremely important in the diet especially for pregnant women, children and the elderly. Among the most consumed foods is beef milk, which has been tampered with by various substances around the world for economic reasons, often endangering consumer health. In the control of milk adulteration, sensors applied in the food industry are important tools for quality control. Currently, commercially available analyzes for possible milk adulteration are costly and/or time consuming, due to the need for laboratory environment and use of high value equipment. Thus, is of utmost important to develop methodologies and screening sensors for the identification of milk adulteration that are economically viable and easy to access and use. To this end, this study used piezoelectric transducer diaphragms to implement a methodology which identify milk adulterations through the mechanical wave propagation method (vibration and acoustic emission). Pure and standardized pasteurized milk and three substances commonly found in cases of milk adulteration (hydrogen peroxide, urea and sodium bicarbonate) were used for the analyzes. A device was developed in 3D printer for the insertion of milk samples to be analyzed, where two piezoelectric diaphragms were adapted. The first was excited by a chirp signal with 1 V of amplitude and a frequency band from 0 to 65 kHz with 2 Hz pitch and 1.2 second duration, and concomitantly acquired the response signal of the second sensor installed in the opposite side of the actuator with a rate of 250 kHz. After acquiring data, these were processed using chromatic technique, which extracts three features: energy, average band and equivalent bandwidth, in order to classify the raw and the adulterated milk through clustering. The experimental results indicated that the methodology can differentiate raw milk from the three adulterations studied at concentrations of 0.5% and 1%. Therefore, the results reported in this study indicate that low-cost piezoelectric diaphragms are promising in identifying adulteration in beef milk.

Keywords: piezoelectric diaphragms, low-cost, beef milk adulteration, milk quality, chromatic technique.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Sensor piezelétrico Murata 7BB-35-3 usado no experimento. ....	10
Figura 2: Montagem do dispositivo desenvolvido sem os PZTs (a) e com os PZTs (b). ....	14
Figura 3: Sistema utilizado nos ensaios. ....	15
Figura 4: Materiais utilizados para adulteração das amostras de leite. ....	16
Figura 5: Materiais utilizados para adulteração massa por volume. ....	17
Figura 6: Subprocesso de adulteração de amostras de leite. ....	18
Figura 7: Bancada de ensaio. ....	20
Figura 8: Subprocesso de aquisição de dados da amostra de leite. ....	21
Figura 9: Processo de ensaio. ....	23
Figura 10: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de ureia. ....	26
Figura 11: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de ureia. ....	27
Figura 12: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de ureia. ....	28
Figura 13: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de ureia. ....	29
Figura 14: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio. ....	30
Figura 15: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio. ....	31
Figura 16: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio. ....	32
Figura 17: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio. ....	33
Figura 18: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio. ....	34
Figura 19: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio. ....	35
Figura 20: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio. ....	36

Figura 21: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio.....	37
Figura 22: Mapa de classificação 3D da técnica cromática.....	38

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Quantidades de adulterantes. ....	19
Tabela 2: Massas de amostras de leite nos ensaios. ....	22
Tabela 3: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de ureia. ....	27
Tabela 4: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de ureia. ....	29
Tabela 5: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio. ....	31
Tabela 6: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de bicarbonato de sódio. ....	33
Tabela 7: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio. ....	35
Tabela 8: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio. ....	37

## LISTA DE SIGLAS E DEFINIÇÕES

<b>Sigla</b>	<b>Definição</b>
AE	<i>Acoustic Emission</i> - Emissão acústica
BNC	<i>Bayonet Neill Coelman</i> - Tipo de conector
CT	<i>Chromatic Technique</i> - Técnica cromática
DAQ	<i>Data Acquisition</i> - Dispositivo de aquisição de dados
FFT	<i>Fast Fourier Transform</i> – Transformada rápida de Fourier
FT-IR	<i>Fourier Transform Infrared</i> – Transformada de Fourier de infravermelho
PLA	<i>Polylactic Acid</i> - Polímero ácido Polilático
PZT	<i>Pb-Lead Zirconate Titanate</i> - Titanato zirconato de chumbo
LabVIEW	<i>Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench</i>
USB	<i>Universal Serial Bus</i> - Barramento serial universal

## LISTA DE SÍMBOLOS

<b>Símbolo</b>	<b>Descrição</b>	<b>Unidade</b>
$B_{Av}$	Largura de banda equivalente	<i>Rad/s</i>
$d_{ikl}$ e $d_{kij}$	Constante piezométrica	<i>m/V</i>
$D_i$	Deslocamento elétrico	<i>C/m<sup>2</sup></i>
$E_b$	Energia	<i>J</i>
$E_k$	Campo elétrico	<i>V/m</i>
$F_i$	Transformada de Fourier	<i>J · Hz</i>
$s_{ijkl}^E$	Constante de conformidade elástica em campo elétrico constante	<i>√m / N</i>
$S_{ij}$	Tensão	<i>√m</i>
$T_{kl}$	Vetor de tração	<i>N/√m</i>
$\epsilon_{ik}^T$	Permissividade sob estresse constante	<i>F/m</i>
$\omega_c$	Banda média	<i>Rad/s</i>
$\omega_i$	Banda instantânea	<i>Rad/s</i>

# PUBLICAÇÕES

## **Trabalho completo publicado em anais de congresso**

SANTOS JUNIOR, M. M.; ULSON, J. A. C.; CASTRO, B. A.; ARDILA-REY, J. A.; CAMPOS, F. S.; FERREIRA, L. T. (2019) Analysis of Piezoelectric Sensors in Adulteration of Bovine Milk Using the Chromatic Technique. *MDPI Proceedings*, 4, 38. DOI: <https://doi.org/10.3390/ecsa-5-05728>

# SUMÁRIO

Capítulo 1 - Introdução .....	1
1.1 Objetivos.....	3
1.2 Justificativa e Motivação .....	3
1.3 Organização do trabalho.....	4
Capítulo 2 – Leite Bovino .....	5
2.1 Adulterações .....	6
2.1.1 Adulteração por adição de água.....	6
2.1.2 Adulteração por adição de reconstituintes.....	6
2.1.3 Adulteração por adição de conservantes .....	7
2.1.4 Adulteração por adição de neutralizantes.....	7
2.2 Técnicas de identificação de adulterações .....	7
Capítulo 3 – Piezeletricidade, Diafragma Piezelétrico, Emissão Acústica e Técnica Cromática .....	9
3.1 Piezeletricidade e Diafragma Piezelétrico.....	9
3.2 Emissão Acústica (AE) .....	11
3.3 Técnica Cromática (CT).....	12
Capítulo 4 – Materiais e Métodos.....	14
4.1 Metodologia da adulteração do leite .....	16
4.2 Metodologia de aquisição de dados das amostras de leite .....	20
4.3 Metodologia dos ensaios .....	22
Capítulo 5 – Resultados e Discussão .....	25
5.1 Leite adulterado com 0,5% de ureia.....	26
5.2 Leite adulterado com 1% de ureia .....	28
5.3 Leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio .....	30
5.4 Leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio .....	32

5.5 Leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio .....	34
5.6 Leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio .....	36
5.7 Comparação entre todas as adulterações analisadas .....	38
Conclusão .....	39
Sugestão para trabalhos futuros.....	40
Referências .....	41

## Capítulo 1 - Introdução

O leite bovino possui um alto valor nutritivo, pois é fonte de proteínas, gorduras, carboidratos, vitaminas e minerais de qualidade (NEUMANN, *et al.*, 2002). De fácil digestão e absorção, e por essas razões é especialmente importante para gestantes, crianças e idosos (AFZAL, *et al.*, 2011). O leite pode apresentar variações em sua composição influenciadas por fatores como a raça, alimentação, idade e número de parições, tempo de lactação e variações climáticas. Entretanto há limites para essa variação, tanto para identificar problemas na produção, como para identificar adulterações no produto (BHEMER, 1999). Os parâmetros oficiais utilizados para este controle incluem acidez, densidade a 15 °C, índice crioscópico, percentual de gordura e de sólidos não solúveis (BRASIL, 2006).

Infelizmente, casos de adulteração no leite, vêm sendo reportados nos últimos anos, o que despertou a atenção de todos os envolvidos na cadeia do leite para a importância da qualidade do leite consumido no Brasil (SOUSA, 2005). Adulterações motivadas possivelmente pela demanda e a lacuna na oferta, natureza perecível do leite, baixa capacidade de compra dos consumidores e falta de testes de detecção adequados (KAMTHANIA, *et al.*, 2014).

A legislação brasileira considera fraude, a adição de água; subtração de qualquer dos seus componentes, exceto a gordura nos semidesnatados e desnatados; adição de substâncias conservadoras ou de quaisquer elementos estranhos à sua composição (adulterantes); troca de categoria no rótulo; cru vendido como pasteurizado e se for exposto ao consumo sem as devidas garantias de inviolabilidade (BRASIL, 2008). No leite, a fraude pode ser intencional, por exemplo, pela adição de água, conservantes, proteínas não advindas do leite, melamina, ureia, gordura animal, leite reconstruído, leite sintético ou pode ser não intencional como a presença de antibiótico, partículas de sujeira ou objetos estranhos, acidentalmente incorporados no leite durante o processamento (POONIA, *et al.*, 2016). As motivações para a fraude alimentícia são econômicas, mas o impacto é uma verdadeira preocupação de saúde pública (ELLIS, *et al.*, 2012).

As primeiras adulterações no leite identificadas envolviam a adição de água para aumento do volume e o desnate para produção de creme de leite. Ao longo do tempo novos tipos de adulterações foram surgindo, como adição de soro de queijo, de substâncias conservantes (peróxido de hidrogênio), neutralizantes (hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio) e reconstituintes da densidade e crioscopia (sal, açúcar, amido) (ALMEIDA, 2013). É importante destacar que alguns adulterantes

são prejudiciais à saúde e não devem ser negligenciados. Podem-se citar alguns adulterantes do leite com efeitos adversos graves para a saúde como a ureia, a formalina, os detergentes, o sulfato de amônio, o ácido bórico, a soda cáustica, o ácido benzoico, o ácido salicílico, o peróxido de hidrogênio, os açúcares e a melamina (AZAD e AHMED, 2016).

A presença de ureia no leite indica a adição de urina animal ou ureia pecuária. A urina é usada para aumentar o volume e, como tem a densidade muito próxima à do leite, a alteração é muito pequena (ROSA-CAMPOS, *et al.*, 2011). A ureia causa danos à saúde sobrecarregando os rins no seu trabalho de eliminação deste adulterante no corpo (KANDPAL, *et al.*, 2012).

O uso de peróxido de oxigênio como adulterante no leite, visa paralisar a atividade microbiana em leites com carga microbiana alta, muitas vezes por falhas de higiene durante a ordenha, nos cuidados pós ordenha e/ou nos possíveis problemas no armazenamento do leite. O leite adulterado apresenta pH alterado e, conseqüentemente, acidez elevada. Pode ser identificado nos testes de plataforma efetuados durante a recepção do leite no laticínio ou durante sua retirada dos tanques de expansão refrigerados na propriedade rural. Leite com carga microbiana elevada é recusado pelo laticínio. Entretanto, se a atividade dos micro-organismos for inibida pela adição do peróxido de oxigênio, evitando alterações nas características físico-químicas do produto, o leite conseguirá ser aceito pelo laticínio (ROSA-CAMPOS, *et al.*, 2011). Com relação à saúde do consumidor, o peróxido de hidrogênio no leite pode causar complicações gastrointestinais, que podem levar à gastrite e inflamações intestinais (AZAD e AHMED, 2016).

A adição de substâncias adulterantes, como bicarbonatos no leite, tem por finalidade neutralizar a acidez de um leite de qualidade inferior. A redução do pH no leite, conseqüência de um aumento da carga microbiana, pode estar relacionada à falhas de higiene na ordenha, de cuidados pós a ordenha, e/ou possíveis problemas de refrigeração, como citado anteriormente (ROSA-CAMPOS, *et al.*, 2011). A presença de bicarbonatos adulterantes no leite pode causar ao consumidor, desequilíbrios nos hormônios que regulam o desenvolvimento e a reprodução, além de problemas gastrointestinais, incluindo úlcera gástrica, diarreia, úlcera de cólon e distúrbios eletrolíticos (REDDY, *et al.*, 2017).

A indústria de lácteos utiliza análises químicas e/ou físicas padronizadas e aprovadas pela legislação na verificação dos índices de gordura e sólidos totais; avaliação de sedimentos por filtragem; contagens bacterianas; determinação do ponto de congelamento, entre outros (SADAT, *et al.*, 2006). Entre os métodos analíticos para caracterização de adulterantes no leite, destacam-se atualmente o Espectrômetro Infravermelho com Transformada de Fourier, a cromatografia líquida de

alta performance, a eletroforese capilar, os escâneres, e instrumentos de ponto de congelamento. As análises disponíveis no mercado para verificação de possíveis adulterações no leite geralmente são custosas e/ou demoradas, devido a necessidade de ambiente laboratorial e utilização de equipamentos de alto valor (DURANTE, *et al.*, 2016).

Considerando-se a importância do leite na alimentação humana, a problemática das adulterações no leite que colocam em risco a saúde do consumidor e a necessidade do desenvolvimento de novas metodologias e sensores de triagem para identificação de adulterantes no leite que sejam viáveis economicamente e de fácil acesso e utilização, realizou-se o presente trabalho.

## **1.1 Objetivos**

Este trabalho de pesquisa tem como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia para identificação de três tipos de adulterantes de leite bovino (peróxido de hidrogênio, ureia e bicarbonato de sódio) por meio do método da propagação de ondas mecânicas em meio material, vibrações e emissão acústica, geradas e capturadas por diafragmas piezelétricos de baixo custo.

## **1.2 Justificativa e Motivação**

Ferramentas para controle da qualidade, aplicadas à indústria alimentícia, são essenciais na identificação de problemas, como por exemplo, a adulteração de produtos. A adulteração alimentícia coloca em risco a saúde do consumidor, pois pode utilizar-se de diversas substâncias danosas à saúde do corpo humano e desencadear distúrbios, doenças e até a morte no caso de pessoas imunocomprometidas (crianças, idosos e portadores de doenças graves) (AFZAL, *et al.*, 2011) (DURANTE, *et al.*, 2016) (MABROOK e PETTY, 2016). Atualmente, tanto a ciência como a indústria têm procurado desenvolver sensores e dispositivos visando promover o correto diagnóstico de controle de qualidade alimentícia, a fim de promover a saúde humana e o consumo seguro (MABROOK e PETTY, 2016).

Algumas metodologias para identificação de adulterantes no leite costumam ser dispendiosas e demandam ambiente laboratorial e tempo longo de análise, além das dificuldades na coleta e envio de amostras. Portanto, ratifica-se a importância de pesquisas para o desenvolvimento de sensores e

sistemas de baixo custo, rápidos e confiáveis que objetivem detectar adulterações do leite (MABROOK e PETTY, 2016).

Com a finalidade de atender estas demandas, este estudo visa contribuir com uma abordagem para identificar adulteração em leite bovino por meio do método da propagação de ondas mecânicas usando diafragmas piezelétricos de baixo custo e processamento de sinais através da técnica cromática.

### **1.3 Organização do trabalho**

- Capítulo 1: Introdução e revisão bibliográfica sobre adulteração de leite, apresentação de alguns adulterantes e seus malefícios à saúde humana. Além da explanação dos objetivos, justificativas e motivação para o desenvolvimento do trabalho;
- Capítulo 2: Apresentação de uma breve história do leite, apresentação de sua composição, regulamentação, principais adulterantes e seus métodos de detecção.
- Capítulo 3: Apresentação e explicação dos conceitos da piezeletricidade, da emissão acústica e da técnica cromática baseado na literatura e do diafragma piezelétrico utilizada;
- Capítulo 4: Apresentação dos materiais e softwares utilizados e da metodologia empregada para realizar as adulterações das amostras de leite, bem como para realizar a análise dos dados resultantes;
- Capítulo 5: Apresentação e discussão dos resultados experimentais;
- Conclusão, sugestão para trabalhos futuros e referências.

## Capítulo 2 – Leite Bovino

Este capítulo contém uma breve história do leite, sua composição por regulamentação legal, algumas das principais adulterações já encontradas e as metodologias para detectá-las.

O leite é considerado um alimento perfeito da natureza e apresenta composição rica em proteínas, vitaminas, gordura, carboidratos e minerais (principalmente cálcio), alimento importante à saúde do homem, sendo indicado para todas as idades, sendo que restrições de uso são limitadas a casos excepcionais (OLIVEIRA, *et al.*, 1999). O leite e seus derivados se constituem em grupo de alimento essencial e de alto consumo entre os idosos, enfermos, gestantes e crianças. Esses grupos de consumidores podem apresentar imunidade diminuída, e conseqüentemente maior preocupação com a segurança e qualidade do alimento que será ingerido (SOARES, *et al.*, 2011).

O uso do leite de mamíferos na alimentação humana parece retroceder aos primórdios da humanidade, ao período mesolítico, há aproximadamente dez mil anos, quando surgiram as primeiras comunidades não nômades, com domínio do fogo, do cultivo da terra e da domesticação de animais (BENEVIDES e VEIGA, 2014). E vem sendo consumido até os dias de hoje devido ao seu importante valor nutritivo.

A adulteração na indústria alimentícia é um problema antigo e não característico do nosso tempo e tem uma longa e ingloriosa história. Já na Roma antiga, alimentos assim como medicamentos e cosméticos foram alvos de adulteração de várias formas. A mistura de produtos estragados com frescos, ou mistura de produtos nobres com produtos e especiarias vindas de terras longínquas com produtos locais de inferior qualidade e preço era muito comum (SUN, 2018).

A atividade leiteira no Brasil evolui de forma contínua desde 1974. Desde então, a produção quase quadruplicou, passando de 7,1 bilhões de litros/ano para mais de 35 bilhões em 2017. A produção mundial de leite no ano de 2017 foi 798 bilhões de litros (EMBRAPA, 2018).

## **2.1 Adultrações**

As adultrações encontradas pela fiscalização, realizada por órgãos governamentais responsáveis pela qualidade do leite, e caracterizadas com fraude já identificaram como autores: produtores rurais, responsáveis pelo transporte do leite até o laticínio, agentes dentro do próprio laticínio, que é a empresa beneficiadora do leite, e comerciantes que disponibilizam os produtos para o consumidor (FAGNANI, 2016).

### **2.1.1 Adultração por adição de água**

A principal adultração detectada no leite ainda continua sendo a adição de água com o objetivo de aumentar seu volume. A adição de água no leite reduz de forma significativa o seu valor nutritivo, procedimento este que além de prejudicar a qualidade microbiológica do produto, reflete a falta de comprometimento com a produção de leite com qualidade (ABRANTES, *et al.*, 2014).

### **2.1.2 Adultração por adição de reconstituintes**

A principal finalidade desta adultração é aumentar o volume e encobrir a adição de água. Infelizmente alguns produtores que vendem o seu leite por volume adicionam água como forma de aumentar sua quantidade. Entretanto, sabe-se que o laticínio averigua a densidade do leite para evitar a adultração por aguagem. Para que a fraude não seja detectada, além da água o fraudador adiciona sacarose e/ou amido na tentativa de reverter a densidade. A presença dos sólidos adicionados aumenta a densidade do leite aguado (ROSA-CAMPOS, *et al.*, 2011). Algumas substâncias não possuem efeito direto na densidade ou crioscopia, mas servem para recompor a composição proteica do leite, pois a adição de água dilui a concentração de proteínas. Assim para mascarar esse efeito diluidor, substâncias como ureia e melamina podem ser adicionadas de maneira fraudulenta. Estes reconstituintes possuem nitrogênio em sua composição. Como as análises de rotina não diferenciam o nitrogênio proteico e o não proteico, a ureia e a melamina são mensurados como proteína total. O principal problema da ureia utilizada é de origem agrícola e contém em sua composição formol como conservante, composto extremamente tóxico e cancerígeno (FAGNANI, 2016).

### **2.1.3 Adulteração por adição de conservantes**

A principal finalidade desta adulteração é aumentar a durabilidade do leite. Os micro-organismos podem facilmente deteriorar o leite. Para impedir que isso aconteça, substâncias conservantes são fraudulentamente adicionadas, possuindo a capacidade de destruir os micro-organismos e impedir a sua multiplicação. Os conservantes mais utilizados neste tipo de adulteração por uma questão de custo e acessibilidade são a água oxigenada que contém peróxido de hidrogênio em sua composição, hipoclorito de sódio que é popularmente conhecido como água sanitária e o formol. Estas substâncias podem provocar uma intoxicação aguda, irritações e queimadura no trato gastrointestinal (FAGNANI, 2016).

### **2.1.4 Adulteração por adição de neutralizantes**

A principal finalidade desta adulteração é mascarar a acidez microbiana, a qual é produzida pelos micro-organismos que degradam a lactose produzindo ácido láctico. Os neutralizantes possuem efeito apenas no pH, ou seja, não possuem efeito bactericida ou bacteriostático. Na verdade, ao neutralizar o pH, o leite volta a ser um ambiente favorável para a multiplicação microbiana (FAGNANI, 2016). Dois dos principais adulterantes que tem essa finalidade são o bicarbonato de sódio e o hidróxido de sódio (SILVA, *et al.*, 2015). Estes adulterantes podem causar complicações gastrointestinais no organismo, além do fato de serem usados em leite com qualidade inferior devido aos micro-organismos.

## **2.2 Técnicas de identificação de adulterações**

A detecção de adulterantes é difícil com um único teste (KARTHEEK, *et al.*, 2011). A Instrução Normativa nº 68 de 12 de novembro de 2006 especifica os métodos para controle de leite e produtos lácteos (BRASIL, 2006). Os métodos descritos na normativa são todos laborais e analíticos, são descritos os seguintes parâmetros de qualidade:

- Avaliação sensorial: aspecto e colocação;
- Avaliação sensorial: odor;

- Matéria gorda (g/100g);
- Densidade relativa a 15 °C;
- Acidez titulável (g de ácido láctico/100ml);
- Extrato seco total (g/100g);
- Teste do alizarol;
- Índice crioscópico;
- Proteína total (g/100g);
- Pesquisa de resíduos de antibióticos;
- Pesquisa de resíduos de outros agentes inibidores do crescimento microbiano:
  - Peróxido de hidrogênio;
  - Formaldeído;
  - Sanitizantes (cloro e hipocloritos);
- Pesquisa de reconstituintes da crioscopia:
  - Álcool etílico;
- Pesquisa de reconstituintes de densidade:
  - Sacarose;
  - Cloretos;
  - Amido;
- Pesquisa da neutralidade da acidez:
  - pH;
  - Alcalinidade das cinzas;
  - Hidróxido de sódio;
  - Carbonatos e bicarbonatos;
- Pesquisa de adulteração do leite por adição de soro.

Outro método de análise de adulteração do leite é a espectroscopia da transformada de Fourier de infravermelho (FR-IR) que permite análises extremamente rápidas, de alto rendimento e não destrutivas de uma ampla gama de amostras tanto em ambiente laboratorial como em industrial. Esta técnica é baseada no princípio de que quando recebe um feixe infravermelho os grupos funcionais da amostra absorvem essa radiação e vibram de maneira reconhecida, que pode ser relacionado com características químicas (ELLIS, *et al.*, 2012).

## Capítulo 3 – Piezeletricidade, Diafragma Piezelétrico, Emissão Acústica e Técnica Cromática

Neste capítulo, a revisão bibliográfica será apresentada para uma melhor compreensão dos conceitos da piezeletricidade, da emissão acústica, da técnica cromática e diafragmas piezelétricos que foram utilizados neste estudo.

### 3.1 Piezeletricidade e Diafragma Piezelétrico

As propriedades que alguns dielétricos tem de criar polarização quando sujeitos a um estresse mecânico é chamado piezeletricidade. Os transdutores piezelétricos podem operar tanto como sensor quanto como atuador devido ao seu efeito piezelétrico. O efeito piezelétrico ocorre em materiais que, quando sujeitos à estresse mecânico, produzem uma tensão de saída diretamente proporcional. O efeito reverso também ocorre: ao aplicar uma tensão elétrica ao material piezelétrico, uma deformação mecânica é produzida (CASTRO, *et al.*, 2017) (CASTRO, *et al.*, 2016) (MEITZLER, *et al.*, 1988) (FREITAS, *et al.*, 2017).

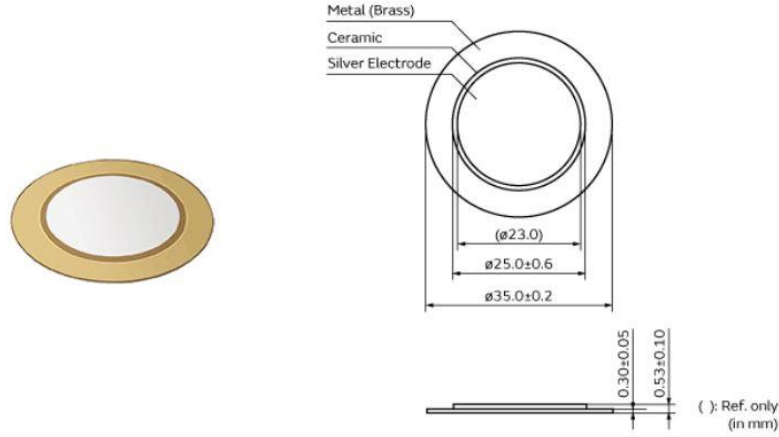
Devido ao efeito da piezeletricidade, os transdutores podem ser configurados tanto como um atuador, ou seja, vibração e ondas ultrassônicas podem ser emitidas aplicando uma tensão em uma determinada faixa de frequência. Além disso, também pode ser configurado como sensor, já que o transdutor piezelétrico é sensível a vibrações e ondas acústicas.

Entre os materiais piezelétricos mais utilizados, destacam-se o titanato de bário ( $BaTiO_3$ ), que é utilizado em transdutores ultrassônicos e, mais recentemente, o zirconato titanato de chumbo ( $PbTiO_3 \cdot PbZrO_3$ ) conhecido como PZTs ou diafragmas piezelétricos (CASTRO, 2016). Devido as suas características de cerâmica, os transdutores piezelétricos de zirconato titanato de chumbo (PZT) apresentam alta rigidez, alto coeficiente de acoplamento eletromecânico e trabalham em larga faixa de frequência, além de possuírem característica dual do efeito piezelétrico que permite que os PZTs sejam adaptáveis como sensores e atuadores (MAIO, 2011).

A Figura 1 apresenta o transdutor aplicado neste trabalho, que é comumente aplicado em monitoramento de integridade de estruturas (FREITAS, *et al.*, 2017) (BUDOYA, *et al.*, 2017) e em

diagnóstico de descargas parciais (CASTRO, *et al.*, 2017). Este tipo tem um disco de cerâmica de 25,0 mm × 0,023 mm e uma placa de latão de 35,0mm × 0,30 mm (MURATA, 2018).

Figura 1: Sensor piezelétrico Murata 7BB-35-3 usado no experimento.



Fonte: (MURATA, 2018).

Na piezeletricidade, as grandezas envolvidas são vetoriais, apesar de algumas direções particulares de alguns cristais, os vetores estão na mesma direção (MEITZLER, *et al.*, 1988). As relações das grandezas escalares são dadas por (1) e (2):

$$D_i = d_{ikl}T_{kl} + \varepsilon_{ik}^T E_k \quad (1)$$

$$S_{ij} = s_{ijkl}^E T_{kl} + d_{kij} E_k \quad (2)$$

onde  $E_k$  é o componente do campo elétrico,  $s_{ijkl}^E$  é a constante de conformidade elástica em campo elétrico constante,  $\varepsilon_{ik}^T$  é o componente de permissividade sob estresse constante,  $d_{ikl}$  e  $d_{kij}$  são constantes piezelétricas,  $D_i$  é o componente de deslocamento elétrico,  $S_{ij}$  é o componente de tensão,  $T_{kl}$  é o componente do vetor de tração. Os subscritos  $i, j, k$  e  $l$  assumem os valores 1, 2 e 3, e representam o sistema de coordenadas naturais do material piezelétrico (CASTRO, *et al.*, 2017).

As cerâmicas de PZT têm a simetria dos cristais hexágonos da classe de  $6mm$  (MEITZLER, *et al.*, 1988) e, portanto, utilizando-se essa simetria e considerando-se apenas a deformação

longitudinal e transversal ( $i$  e  $j$  assumem os valores de 1, 2 e 3), as Equações (1) e (2) podem ser desenvolvidas como segue (FREITAS, 2018):

$$D_3 = d_{31}T_1 + d_{31}T_2 + d_{33}T_3 + \varepsilon_{33}^T E_3 \quad (3)$$

$$S_1 = s_{11}^E T_1 + s_{12}^E T_2 + s_{13}^E T_3 + d_{31}E_3 \quad (4)$$

$$S_2 = -s_{12}^E T_1 - s_{11}^E T_2 + s_{13}^E T_3 + d_{31}E_3 \quad (5)$$

$$S_3 = s_{12}^E T_1 + s_{12}^E T_2 + s_{33}^E T_3 + d_{33}E_3 \quad (6)$$

As Equações (3) a (6) definem as relações constitutivas básicas das cerâmicas PZT. No entanto, se a espessura do transdutor é pequena, na ordem de frações de milímetro, a deformação na direção da sua espessura é pouco expressiva e, portanto, para uma suposição unidimensional, pode-se considerar apenas a deformação na direção do eixo paralelo ao raio do PZT. Assim, o principal modo de propagação é nesta direção, e pode-se fazer  $S_2 = S_3 = T_2 = T_3 = 0$  nas Equações (3) a (6). Logo, as equações piezelétricas para esse modo de propagação ficam (FREITAS, 2018):

$$D_3 = d_{31}T_1 + \varepsilon_{33}^T E_3 \quad (7)$$

$$S_1 = s_{11}^E T_1 + d_{31}E_3 \quad (8)$$

Diafragmas piezelétricos são componentes de baixo custo, compactos e leves fabricados por diversas companhias e amplamente utilizados em vários dispositivos eletrônicos. Diafragmas piezelétricos são os principais componentes acústicos, informalmente conhecidos como “buzzers”; a principal aplicação dos componentes acústicos é a geração de som, assim como alarmes sonoros, toques telefônicos e caixas de som (FREITAS, *et al.*, 2017). Na próxima seção, o conceito da emissão acústica será explicado, o qual foi gerado e obtido através dos PZTs neste estudo.

### 3.2 Emissão Acústica (AE)

AE lida com a análise de ondas elásticas transitórias geradas por uma repentina liberação de energia de fontes localizadas em um material. O grande desenvolvimento de técnicas de processamento de sinais, instrumentação de alta tecnologia e avanços sempre crescentes de

procedimentos estatísticos tomaram a técnica de AE um dos mais confiáveis métodos não destrutivos para analisar e caracterizar os defeitos (DAHMENE, *et al.*, 2015).

O método de AE é uma nova solução para testar propriedades dos alimentos (JAKUBCZYK, *et al.*, 2019). Propagação de ondas acústicas podem mudar de acordo com as propriedades do fluido (SINGH e DWIVED, 1995) e é utilizada para detecção de adulteração em leite (DAVE, *et al.*, 2016).

Neste trabalho foram utilizados dois transdutores piezelétricos, um operando como atuador e o outro operando como sensor (modo *pitch-catch*) (CASTRO, *et al.*, 2018). O emissor tem a função de gerar as ondas mecânicas em uma amostra de leite e a adulteração será realizada pelo processamento dos sinais acústicos capturados pelo receptor, uma vez que a propagação da AE pode mudar com a alteração do material ou adulteração do fluido. Como explicado na próxima seção, o conceito da técnica cromática será apresentado, o qual foi usada como técnica de processamento de sinais para diferenciar o leite puro e adulterado.

### 3.3 Técnica Cromática (CT)

A técnica cromática é uma abordagem de processamento de sinais que visa obter uma série de parâmetros que facilitam a extração de informações de um grupo complexo de sinais cujas características não podem ser facilmente identificadas. Tem sido demonstrado que essa técnica também possibilita, para alguns tipos de aplicações, a identificação e correlação dos parâmetros que definem os sinais, determinando se o grupo de sinais pode ser identificado do ponto de vista cromático (JONES, *et al.*, 2000) (ARDILA-REY, *et al.*, 2018) (CHENG e VERDÚ, 1991).

De acordo com esta técnica, a classificação do sinal  $f(t)$  é realizada por meio de três principais parâmetros do sinal: energia ( $E_b$ ), banda média ( $\omega_c$ ) e largura de banda equivalente ( $B_{Av}$ ), do seguinte modo:

$$E_b = \frac{1}{2\pi} \sum_{i=1}^k F_i \quad (9)$$

$$\omega_c = \frac{\sum_{i=1}^k \omega_i F_i^2}{2\pi E_b} \quad (10)$$

$$B_{Av} = \sqrt{\frac{1}{E_b} \sum_{i=1}^k (\omega_i - \omega_c) F_i^2} \quad (11)$$

onde  $F_i$  e  $\omega_i$  é a transformada de Fourier e a frequência angular do sinal  $f[n]$  no tempo discreto.

O somatório da equação (9) é calculado a partir da amplitude da FFT para a obtenção do parâmetro energia ( $E_b$ ).

A banda média ( $\omega_c$ ) é calculada a partir da divisão do somatório das frequências angulares instantâneas multiplicadas pelo quadrado da sua amplitude pela energia multiplicada por uma constante.

Com a banda média e a energia calculadas, é possível calcular a largura de banda média equivalente. Que nada mais é do que a raiz quadrada do inverso da energia multiplicado pelo somatório da frequência instantânea com a banda média multiplicado pelo quadrado da amplitude da FFT.

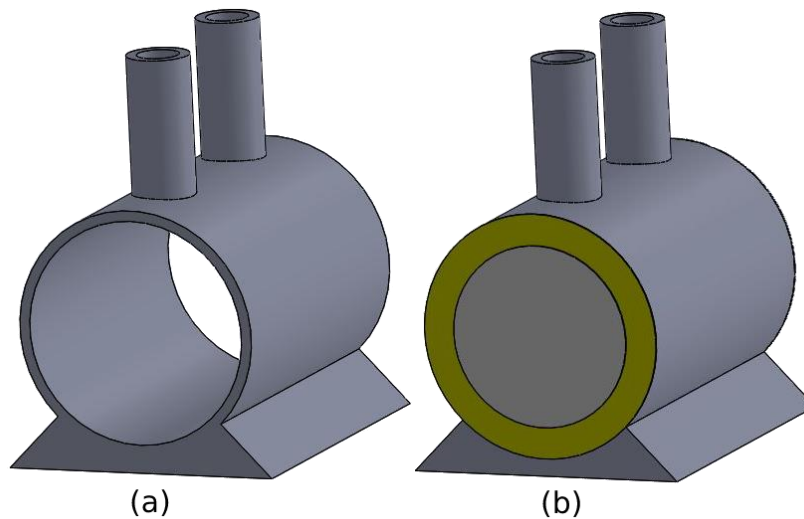
Cada ensaio um dos experimentos realizados gerou um sinal que ao ser processado gerou esses 3 parâmetros fornecidos pela TC que foi inserido junto com os pontos dos outros ensaios em um espaço tridimensional com cada um dos parâmetros como eixo. A seguir a metodologia dos procedimentos experimentais para realização destes ensaios será apresentada.

## Capítulo 4 – Materiais e Métodos

Neste capítulo, serão apresentados os materiais e programas utilizados no projeto, bem como o subprocesso de adulteração das amostras de leite que foram utilizadas nos ensaios, o subprocesso de aquisição de dados da amostra e a metodologia empregada no processo de ensaio.

Com o objetivo de realizar a detecção de adulteração do leite, foi projetado um recipiente para conter o líquido analisado no seu interior, o qual foi impresso em uma impressora 3D utilizando o material polímero ácido polilático (PLA) e está representado na Figura 2 (a). Em seguida, foram acoplados dois diafragmas piezelétricos de 35 mm de diâmetro, uma de cada lado do tubo, utilizando cola a base de cianoacrilato, como é possível notar na Figura 2 (b). O recipiente foi desenvolvido com dois orifícios de líquido na parte superior para facilitar a retirada do líquido após o ensaio, já que um orifício tem o papel de manter a pressão interna igual a pressão externa quando o líquido sai pelo outro orifício. Para garantir que não existam bolhas dentro do recipiente de ensaio, o recipiente foi desenvolvido em material transparente e em todos os ensaios.

Figura 2: Montagem do dispositivo desenvolvido sem os PZTs (a) e com os PZTs (b).

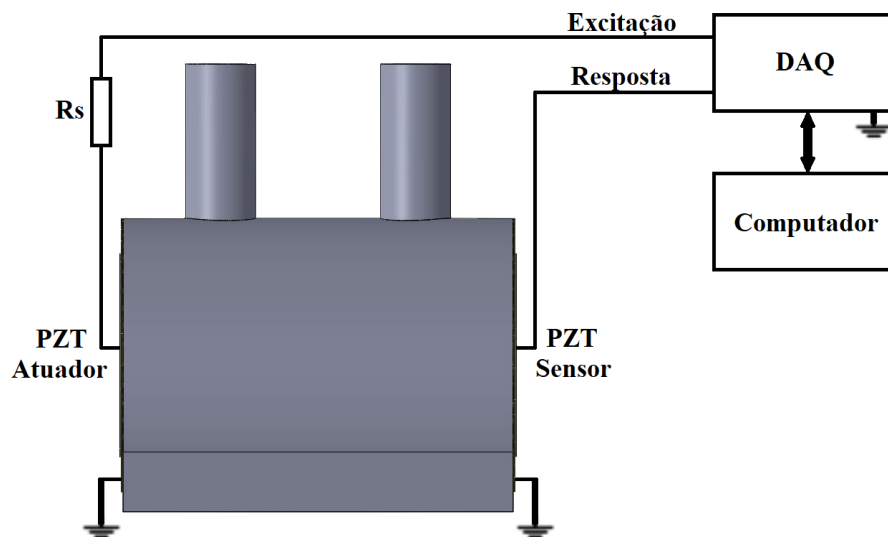


Fonte: Elaborado pelo autor.

O PLA é um material biodegradável, portanto não é o material ideal para utilização nesse tipo de análise por um período maior que 6 meses, já que com o passar do tempo ele pode causar uma contaminação no leite analisado devido a essa propriedade. Porém todos os ensaios apresentados neste trabalho foram executados no mesmo dia e o recipiente não foi mais utilizado em ensaios posteriormente.

O sinal excitação e a coleta da resposta foi realizada usando um dispositivo de aquisição de dados (DAQ) NI USB-6211 da National Instruments. O atuador foi excitado por um sinal chirp com amplitude de 1 V, frequência de 0 kHz até 65 kHz com passo de 2 Hz e duração de 1,2 segundos, e um resistor em série ( $R_s$ ) de  $2,2 \text{ k}\Omega \pm 1\%$  foi conectado entre o PZT atuador e o DAQ. O sinal do receptor, instalado no lado oposto do atuador, foi adquirido com uma taxa de amostragem de 250 kHz, e foi utilizada a média de 5 medições para garantir uma boa exatidão e precisão. O DAQ se comunica com o computador através de uma comunicação USB e o software utilizado para gerar o sinal chirp e adquirir os dados foi o LabVIEW 2016 da National Instruments. Na Figura 3 está representado essa configuração.

Figura 3: Sistema utilizado nos ensaios.



Fonte: Elaborado pelo autor.

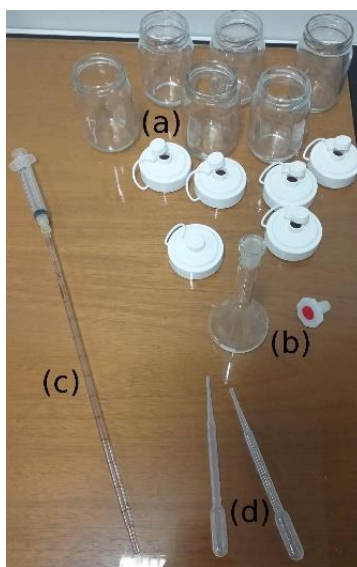
## 4.1 Metodologia da adulteração do leite

Os adulterantes utilizados foram: ureia fertilizante, bicarbonato de sódio e água oxigenada. A ureia é comercializada em casas Agropecuárias, o Bicarbonato de Sódio utilizado é da marca ADV FARMA, o peróxido de hidrogênio foi representado pela água oxigenada é de 10 volumes da marca FARMAX. No caso da ureia e do bicarbonato de sódio foi realizada uma adulteração massa por volume. E a água oxigenada utilizou-se uma adulteração volume por volume.

O leite selecionado para a realização deste estudo foi o leite integral tipo A. Este leite foi escolhido por ser o mais próximo in natura, pois não contém estabilizantes, conservantes ou aditivos, além de possuir níveis de gordura padronizados.

Para a adulteração volume por volume, foi utilizada uma pipeta graduada de 1 ml apresentada na Figura 4 (c). Em seguida, o adulterante líquido é inserido no balão volumétrico de 100 ml apresentado na Figura 4 (b). Então os 100 ml balão volumétrico é completado com o leite utilizando uma pipeta mostrada na Figura 4 (d), a tampa é inserida e o leite é agitado por 1 minuto. Assim, o leite adulterado é inserido no recipiente de vidro representado na Figura 4 (a) e uma etiqueta é colada no vidro para identificar a adulteração e sua concentração. Por fim, os materiais utilizados são higienizados recebendo enxague de água deionizada.

Figura 4: Materiais utilizados para adulteração das amostras de leite.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para a adulteração massa por volume, o equivalente em massa para determinar o volume necessário para obter a porcentagem de adulteração desejada foi calculada baseada na densidade do adulterante. Por exemplo, a densidade da ureia é 1,32 g/ml, assim, já que o volume total do balão volumétrico é 100 ml a massa necessária para fazer uma adulteração de 0,5% seria 0,66 g. Foi utilizado a balança digital da marca Diamond e modelo MH-267-2 para medir a massa do adulterante, como apresentado na Figura 5. Após medir a massa desejada do adulterante, este é inserido no balão volumétrico e os passos seguintes os mesmos realizados para a adulteração volume por volume depois de inserir o adulterante.

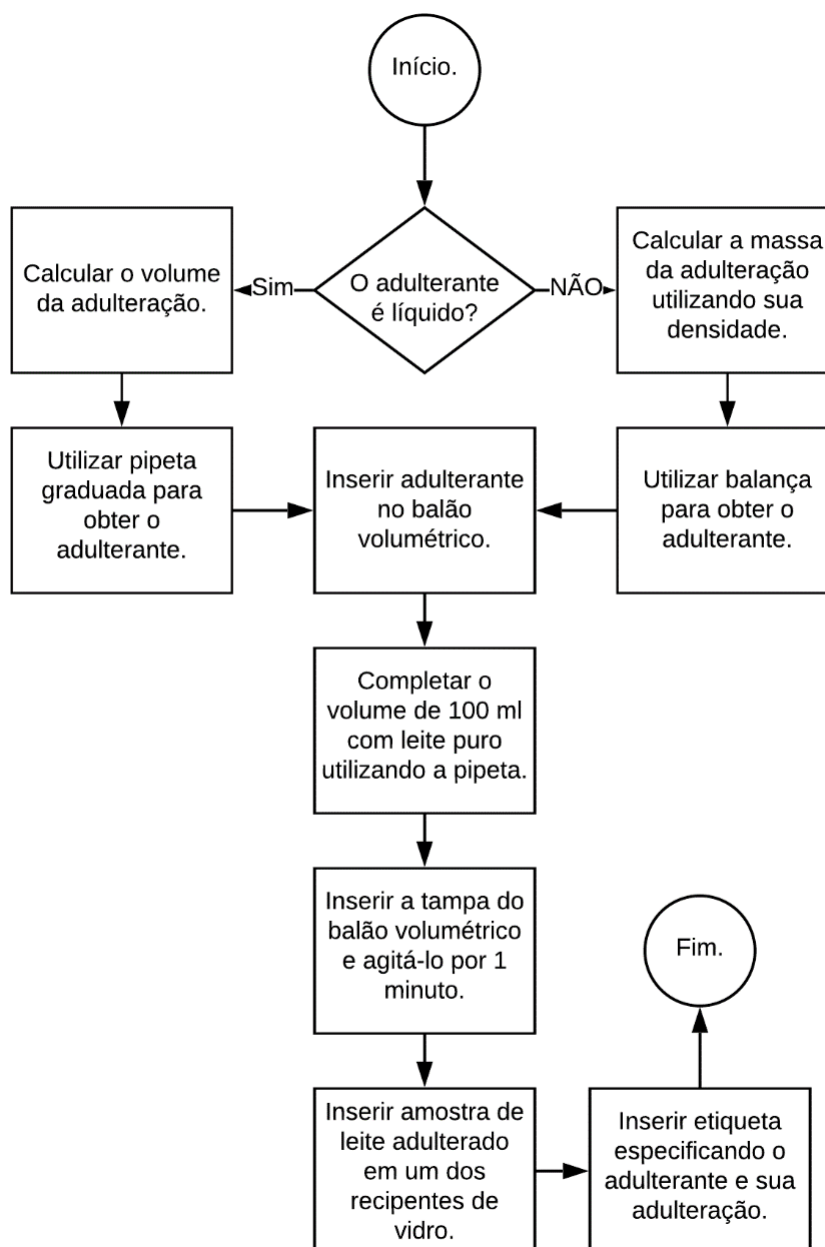
Figura 5: Materiais utilizados para adulteração massa por volume.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 6 ilustra o subprocesso de adulteração das amostras de leite, que foi descrito acima separadamente para as adulterações de adulterantes líquidos e sólidos.

Figura 6: Subprocesso de adulteração de amostras de leite.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Tabela 1 mostra as quantidades de adulterantes que foram utilizados para gerar as amostras de leite adulterado. Assim, foram geradas sete amostras. Concentrações de 0,5% e 1% para cada um dos três adulterantes e mais a amostra de leite puro.

Tabela 1: Quantidades de adulterantes.

	<b>Ureia</b>	<b>Bicarbonato de sódio</b>	<b>Água oxigenada</b>
<b>Massa ou volume utilizado para adulteração de 0,5%</b>	0,66 g	1,1 g	0,5 ml
<b>Concentração para adulteração de 0,5%</b>	$6,6 \times 10^{-3}$ g/ml	$1,1 \times 10^{-2}$ g/ml	$5 \times 10^{-3}$ ml/ml
<b>Massa ou volume utilizado para adulteração de 1%</b>	1,32 g	2,2 g	1 ml
<b>Concentração para adulteração de 1%</b>	$1,32 \times 10^{-2}$ g/ml	$2,2 \times 10^{-2}$ g/ml	$1 \times 10^{-2}$ ml/ml

Também é importante ressaltar que foram empregadas baixas porcentagens de adulterações para validar a sensibilidade do sensor. Além disso, as concentrações escolhidas se assemelham com as já encontradas nos casos de fraude, efetuadas por produtores, transportadores e/ou pela indústria.

## 4.2 Metodologia de aquisição de dados das amostras de leite

Em todos os ensaios a temperatura ambiente foi mantida constante a 25 °C através de um equipamento de ar condicionado. Esta temperatura foi monitorada durante os ensaios pelo sensor de temperatura termopar do multímetro ET-2042 da Minipa.

O recipiente foi inserido dentro de uma caixa de isopor para tornar ainda mais estável a temperatura durante os ensaios. Na base da parte inferior do isopor foi posicionada uma espuma para isolar o recipiente de ensaio da vibração da mesa.

A Figura 7 mostra a bancada onde foram realizados os ensaios.

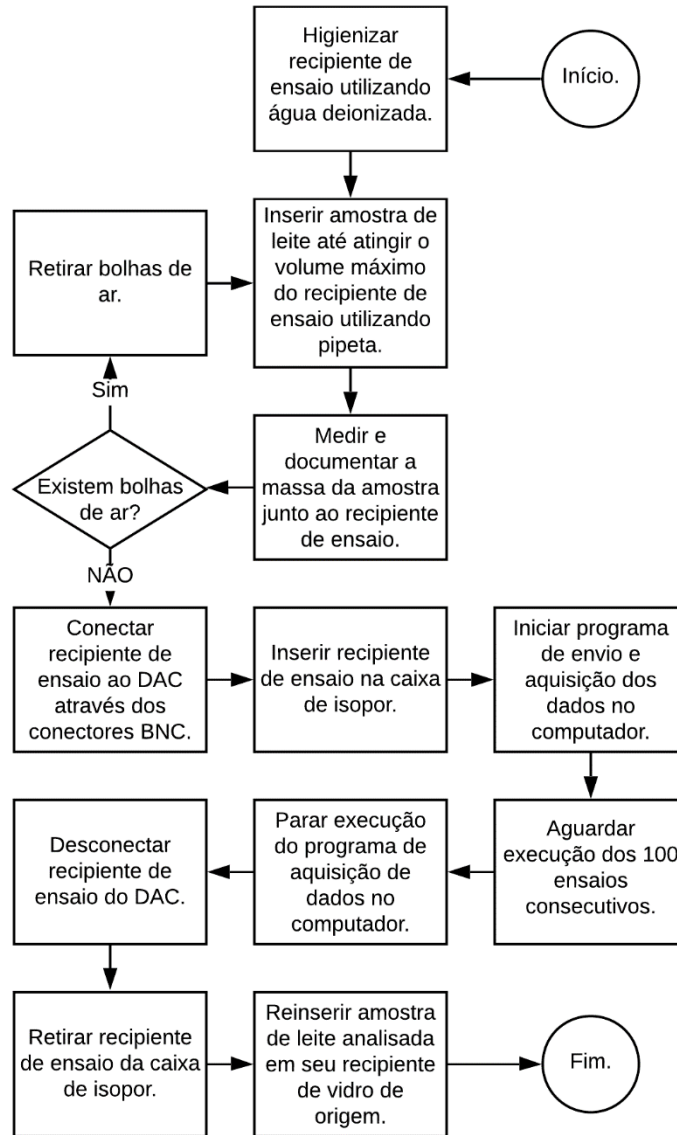
Figura 7: Bancada de ensaio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 8 mostra o fluxograma do subprocesso de aquisição de dados, no qual a amostra analisada gera 100 sinais de resposta que depois do processamento de sinais utilizando a CT gerará 100 pontos no espaço para distinguir-se das respostas geradas pela resposta de outras amostras.

Figura 8: Subprocesso de aquisição de dados da amostra de leite.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O volume do líquido no recipiente de ensaio foi mantido constante para todos os ensaios. Porém a massa do recipiente de ensaio mais o líquido da amostra inserido também foi mantida constante apenas para amostras com a mesma adulteração e concentração, já que os adulterantes possuem densidades diferentes. O objetivo de manter a massa constante para avaliar amostras de mesmo adulterante e concentração é garantir a ausência de bolhas de ar dentro do recipiente. Para tornar possível essa medição da massa, conectores BNC foram inseridos nos cabos que ligam os transdutores piezelétricos ao DAC, para que ele pudesse ficar totalmente em cima da balança sem que o fio oferecesse suporte. As massas foram obtidas através da mesma balança digital MH-267-2 da Diamond, foram documentadas e são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2: Massas de amostras de leite nos ensaios.

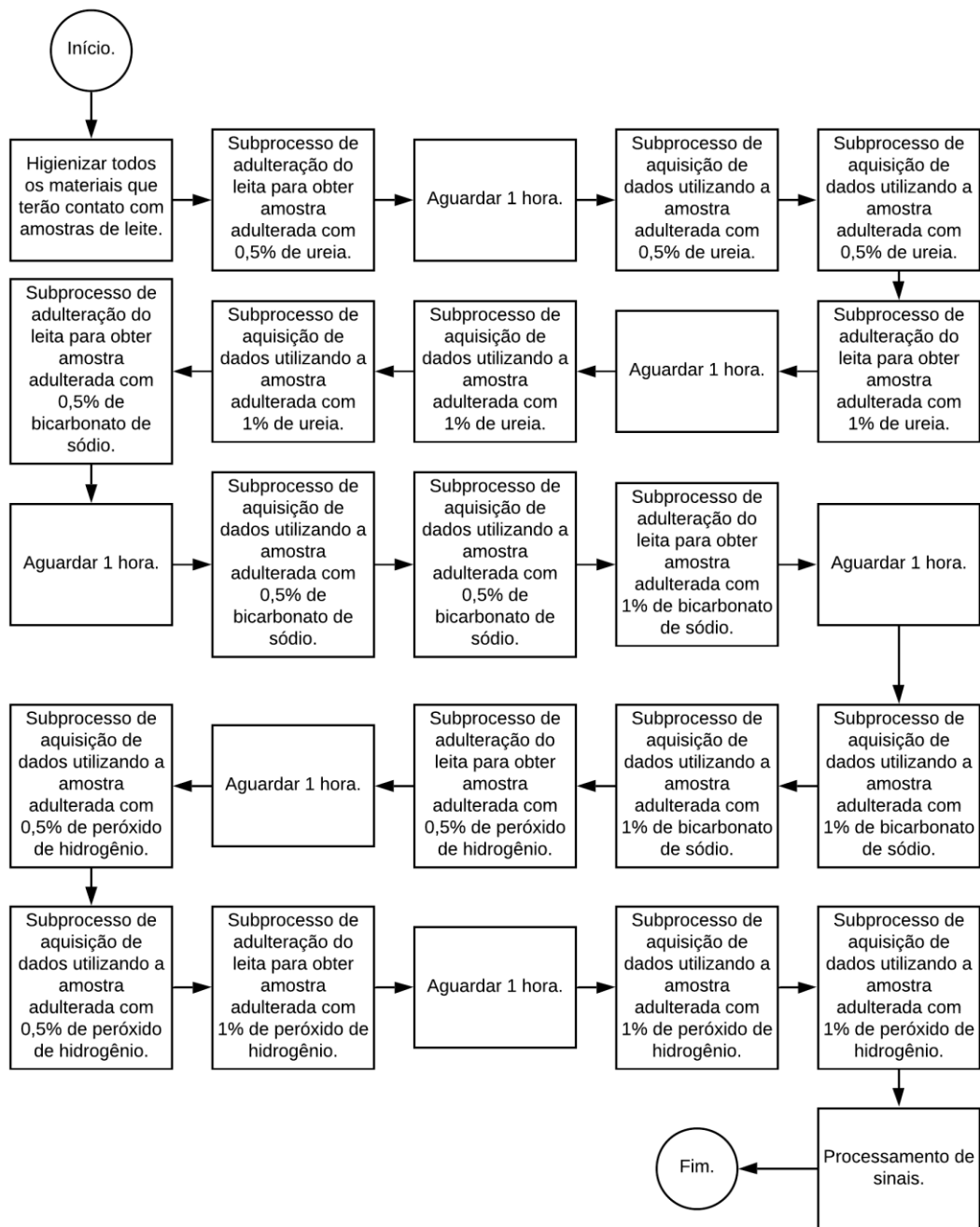
<b>Amostra</b>	<b>Massa (recipiente de ensaio + leite)</b>
<b>Leite puro</b>	99,3 g
<b>Leite adulterado com 0,5% de ureia</b>	99,39 g
<b>Leite adulterado com 1% de ureia</b>	99,44 g
<b>Leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio</b>	99,6 g
<b>Leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio</b>	99,9 g
<b>Leite adulterado com 0,5% de água oxigenada</b>	99,3 g
<b>Leite adulterado com 1% de água oxigenada</b>	99,3 g

### 4.3 Metodologia dos ensaios

As amostras foram adulteradas 1 hora antes da realização dos ensaios. Os blocos de ensaios foram separados em blocos de 100 ensaios consecutivos. Dois blocos de ensaios foram executados para cada amostra de leite adulterado e do leite puro, e entre os blocos, o conteúdo dentro do dispositivo de ensaio foi devolvido para seu recipiente de origem. O recipiente de ensaio foi lavado utilizando água deionizada e novamente o líquido em análise foi inserido no dispositivo de ensaio. Este procedimento de retornar a amostra para o recipiente de origem e depois realizar outro bloco de

ensaio com a mesma amostra foi executado para garantir a repetibilidade da metodologia empregada. Portanto, foram totalizados 200 ensaios para cada amostra de leite puro e adulterado.

Figura 9: Processo de ensaio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A CT foi empregada em cada ensaio realizado para extração dos três parâmetros de cada sinal de resposta, porém foram consideradas as frequências a partir de 400 Hz, pois o sinal teve influência das componentes harmônicas da rede elétrica. O processamento dos sinais por meio da técnica cromática foi empregado por meio do software MATLAB. Estes resultados serão apresentados e discutidos no próximo capítulo.

## Capítulo 5 – Resultados e Discussão

Neste capítulo, serão apresentados e analisados os resultados dos dois blocos de 100 ensaios realizados para cada amostra de leite.

A comparação dos resultados de cada adulteração com o leite puro demonstra a relevância dos parâmetros extraídos pela CT. No final do capítulo, todos os resultados serão apresentados juntos, em um mesmo mapa de classificação.

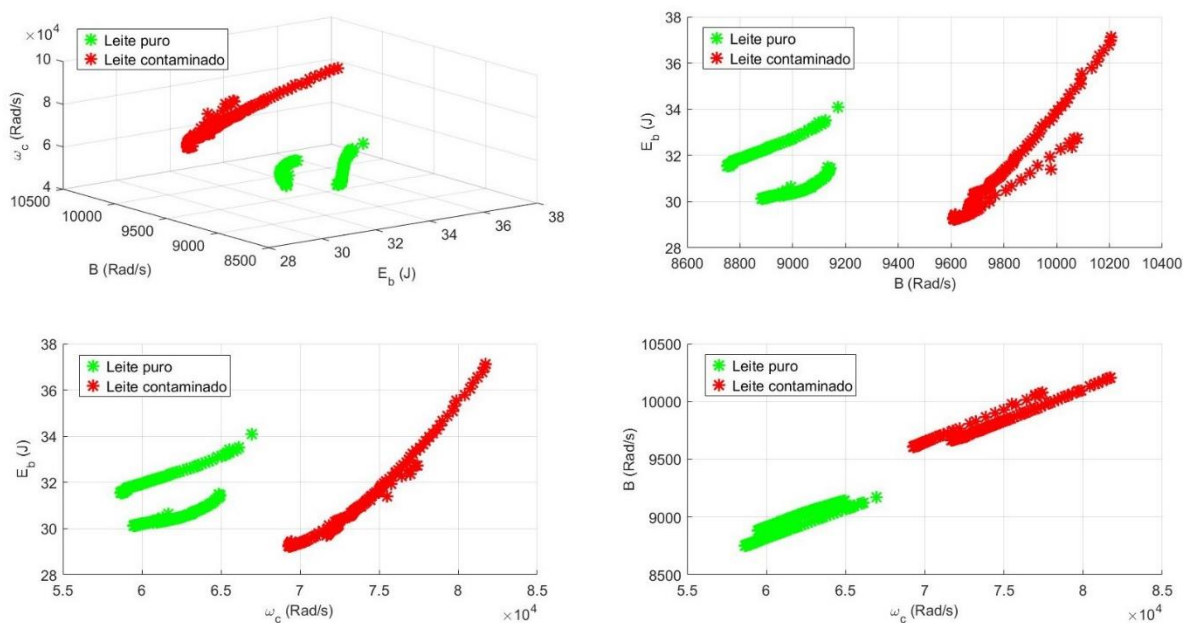
A CT foi utilizada como abordagem de agrupamento e separação, a fim de promover o correto diagnóstico de adulteração do leite. Pode-se observar nos resultados apresentados a seguir, que a CT realizou uma extração de características para a condição do leite. Cada ponto nos mapas representa um ensaio, formando assim 200 pontos para cada adulterante, que estão espaçados em grupos de 100 por pertencerem à blocos de ensaio diferentes.

## 5.1 Leite adulterado com 0,5% de ureia

A Figura 10 mostra os resultados obtidos aplicando a CT como técnica de processamento de sinais nos ensaios realizados com a amostra do leite adulterado com 0,5% de ureia e amostra leite puro. De acordo com o mapa 3D da figura, é possível promover o diagnóstico da adulteração com a abordagem de agrupamento e separação.

Com a finalidade de estudar a relevância de cada parâmetro para agrupar a condição do leite e realizar o correto diagnóstico da adulteração, a Figura 10 também apresenta mapas 2D dos parâmetros da técnica cromática. Com estes resultados, pode-se concluir que todos os parâmetros têm significativa relevância, já que todos os mapas 2D atingiram o objetivo de agrupar as duas diferentes condições do leite.

Figura 10: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de ureia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

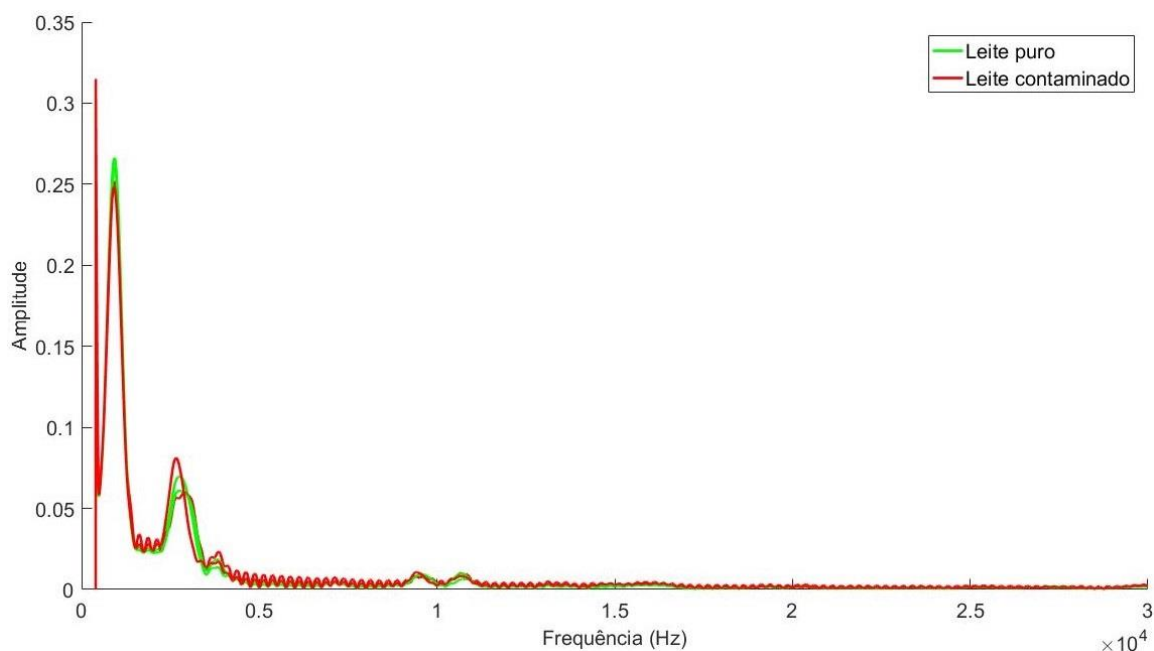
Como pode ser observado na Tabela 3, os mínimos dos parâmetros banda média ( $\omega_c$ ) e largura de banda equivalente ( $B_{Av}$ ) dos ensaios do leite adulterado são maiores que os máximos desses parâmetros dos ensaios com o leite puro. Portanto, apenas esses parâmetros individualmente analisados são suficientes para separar a adulteração.

Tabela 3: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de ureia.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 0,5% de ureia		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	29,231	30,324	37,12
$\omega_c$	58652	60986	66952	69279	72477	81732
$B_{Av}$	8752	8915	9171	9608	9742	10206

A Figura 11 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar que não é possível distinguir os sinais apenas com a FFT.

Figura 11: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de ureia.



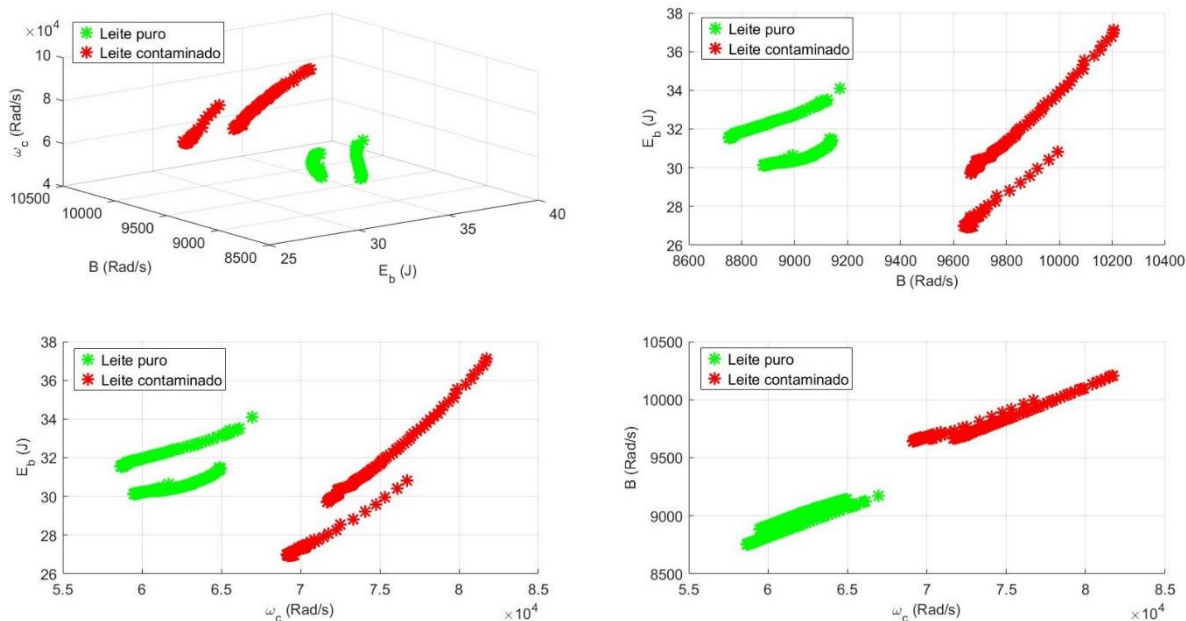
Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.2 Leite adulterado com 1% de ureia

A Figura 12 ilustra os resultados obtidos aplicando com a amostra do leite adulterado com 1% de ureia e da amostra leite puro. De acordo com o mapa 3D da figura, é possível promover o diagnóstico da adulteração deste adulterante com a abordagem de agrupamento e separação.

Também são apresentadas na Figura 12 mapas 2D dos parâmetros da técnica cromática, com a finalidade de mostrar a relevância de cada parâmetro. Em relação a estes resultados, pode-se concluir que todos os parâmetros têm significativa relevância, já que todos os mapas 2D atingiram o objetivo de agrupar as duas diferentes condições do leite.

Figura 12: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de ureia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

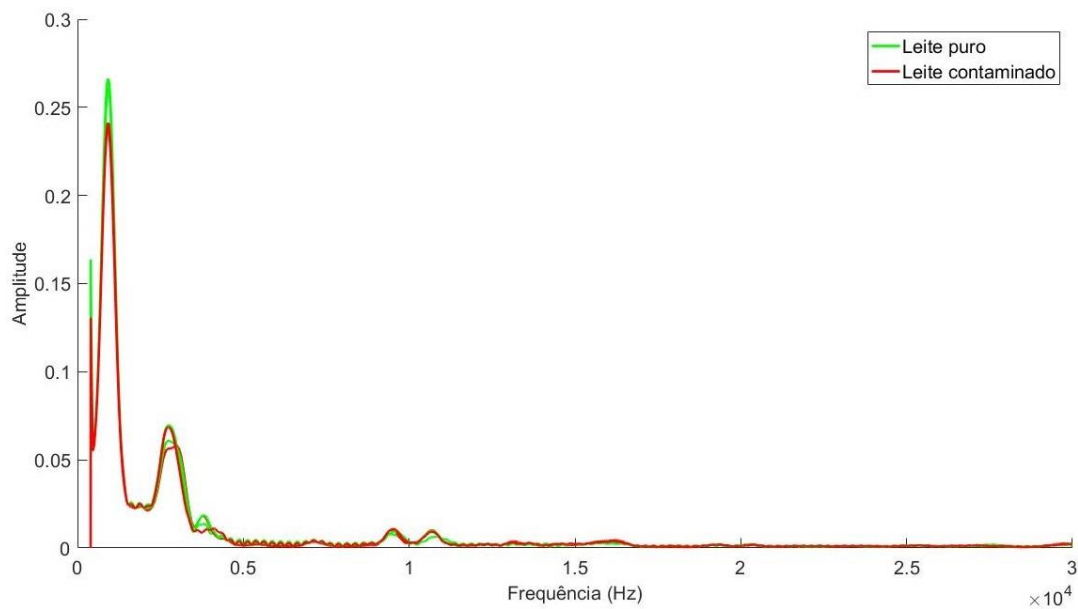
Como pode ser observado na Tabela 4, os mínimos dos parâmetros banda média ( $\omega_c$ ) e largura de banda equivalente ( $B_{Av}$ ) dos ensaios do leite adulterado são maiores que os máximos desses parâmetros dos ensaios com o leite puro, similarmente à adulteração com 0,5% de ureia. Também é notável que a média da energia ( $E_b$ ), ou seja, houve uma queda de quase 12% da média da adulteração com concentração menor, distanciando-se da média do leite puro.

Tabela 4: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de ureia.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 1% de ureia		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	25,935	26,744	30,817
$\omega_c$	58652	60986	66952	69044	69613	76714
$B_{Av}$	8752	8915	9171	9640	9683	9994

A Figura 13 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar que não é possível distinguir os sinais apenas com a FFT.

Figura 13: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de ureia.



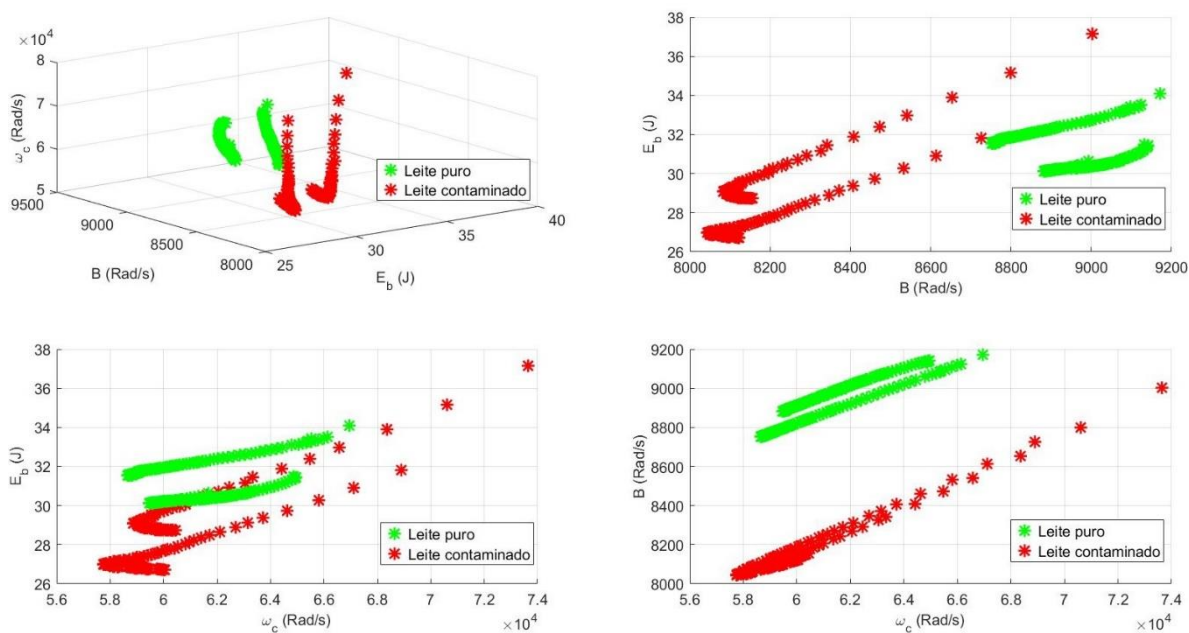
Fonte: Elaborado pelo autor.

### 5.3 Leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio

A Figura 14 mostra os resultados obtidos com a amostra do leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio e amostra leite puro. De acordo com o mapa 3D da figura, é possível promover o diagnóstico da adulteração com a abordagem de agrupamento e separação.

Analisando os mapas 2D, nota-se que apenas o gráfico banda média ( $\omega_c$ ) por largura de banda equivalente ( $B_{Av}$ ) foi capaz de atingir o objetivo de agrupar as duas diferentes condições do leite.

Figura 14: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

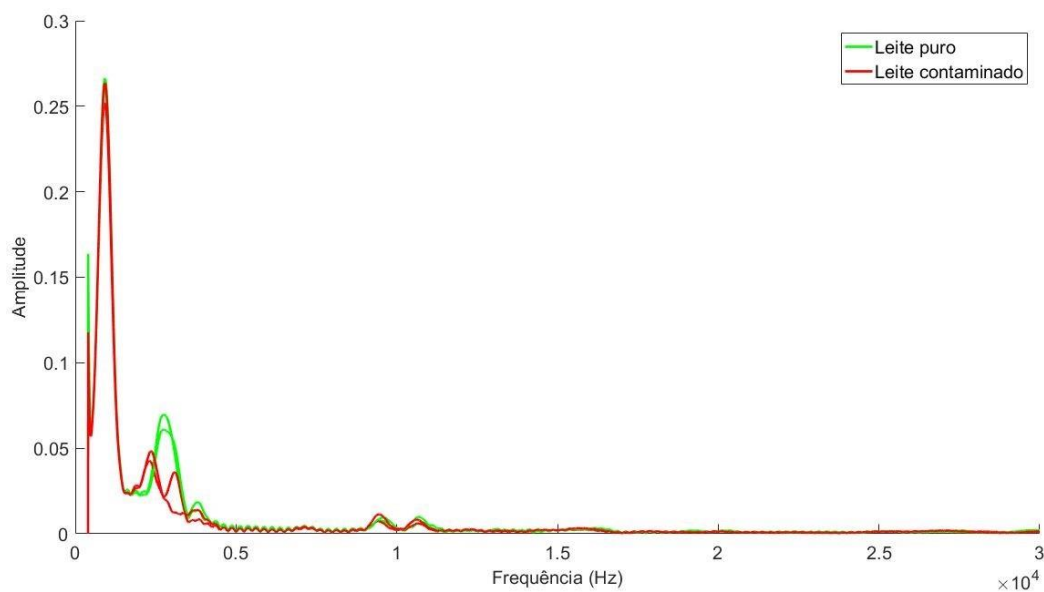
Como pode ser observado na Tabela 5, não há nenhum parâmetro que seja capaz de classificar de forma independente essa adulteração.

Tabela 5: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	26,712	28,358	37,1519
$\omega_c$	58652	60986	66952	57749	598999	73642
$B_{Av}$	8752	8915	9171	8043	8148	9003

A Figura 15 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar uma diferença significativa nas respostas entre 2 kHz e 4 kHz.

Figura 15: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de bicarbonato de sódio.



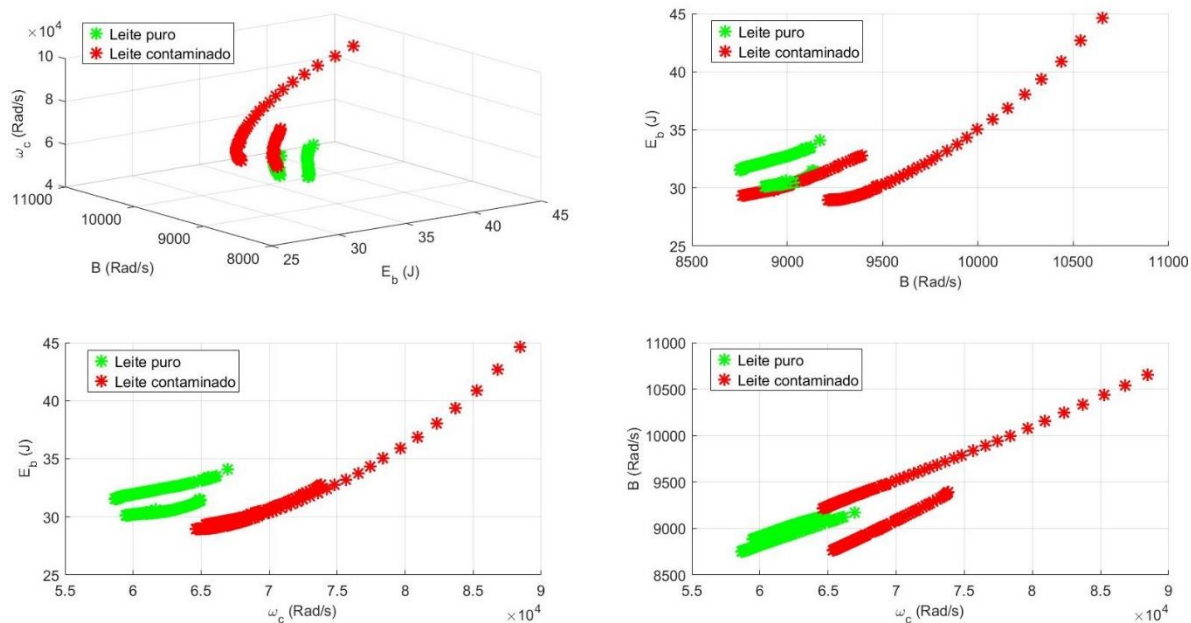
Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.4 Leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio

A Figura 16 ilustra a resposta do processamento dos dados dos ensaios com a amostra de leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio e com a amostra de leite puro. De acordo com o mapa 3D da figura, foi possível promover o diagnóstico da adulteração com a abordagem de agrupamento e separação. O mapa 3D demonstrou que estavam separados no espaço.

Analisando os mapas 2D da Figura 16, apenas o gráfico dos parâmetros banda média ( $\omega_c$ ) pela energia ( $E_b$ ) foi capaz de separar o adulterante do leite puro, ou seja, com apenas esses dois parâmetros já atingimos o objetivo de distinguir as diferentes amostras analisadas.

Figura 16: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

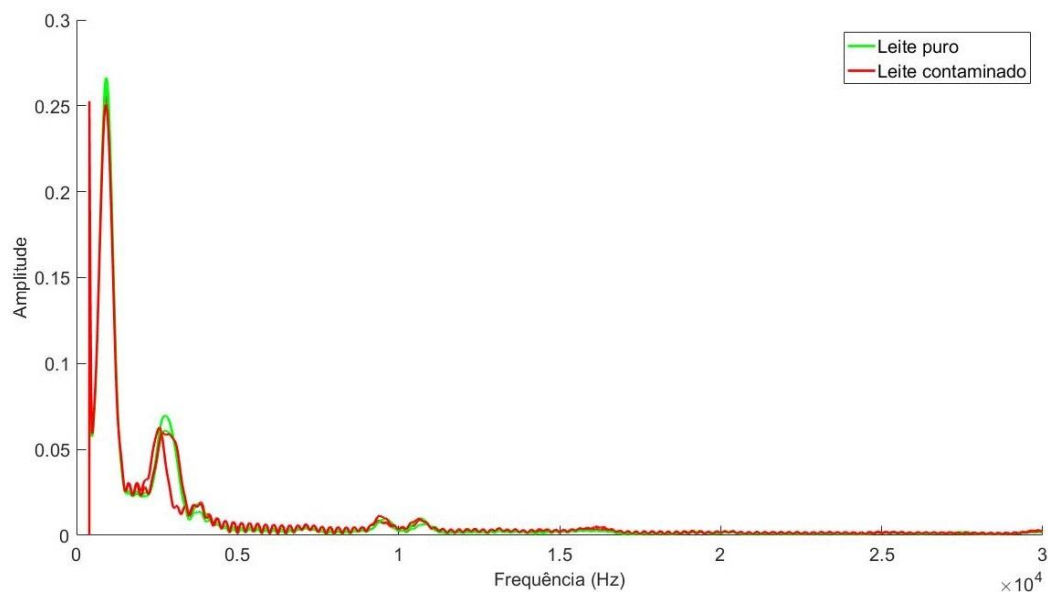
A partir da Tabela 6, não é possível classificar a adulteração de 1% de bicarbonato de sódio apenas com um dos parâmetros, já que todos os parâmetros das amostras têm intersecção nos ensaios realizados. Todavia, é notável que a média da banda média ( $\omega_c$ ) é 12% maior para o leite adulterado.

Tabela 6: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de bicarbonato de sódio.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	28,952	30,324	44,626
$\omega_c$	58652	60986	66952	64615	68492	88449
$B_{Av}$	8752	8915	9171	8764	9211	10653

A Figura 17 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar que não é possível distinguir os sinais apenas com a FFT.

Figura 17: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de bicarbonato de sódio.



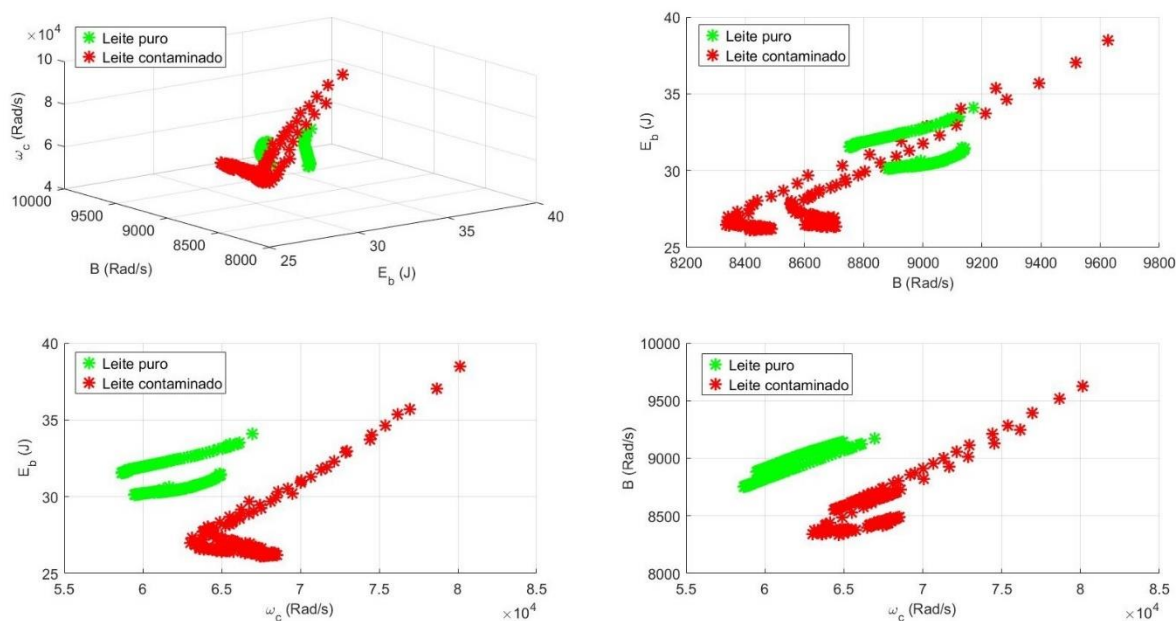
Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.5 Leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio

A Figura 18 ilustra a resposta do processamento dos dados dos ensaios com a amostra do leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio e com a amostra leite puro. O mapa 3D da figura demonstra que os pontos dos ensaios das diferentes amostras estavam separados no espaço.

Nos mapas 2D da Figura 18, observou-se que os gráficos dos parâmetros banda média ( $\omega_c$ ) pela energia ( $E_b$ ) e dos parâmetros banda média ( $\omega_c$ ) pela largura de banda equivalente ( $B_{Av}$ ) foram capazes de separar o adulterante do leite puro.

Figura 18: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

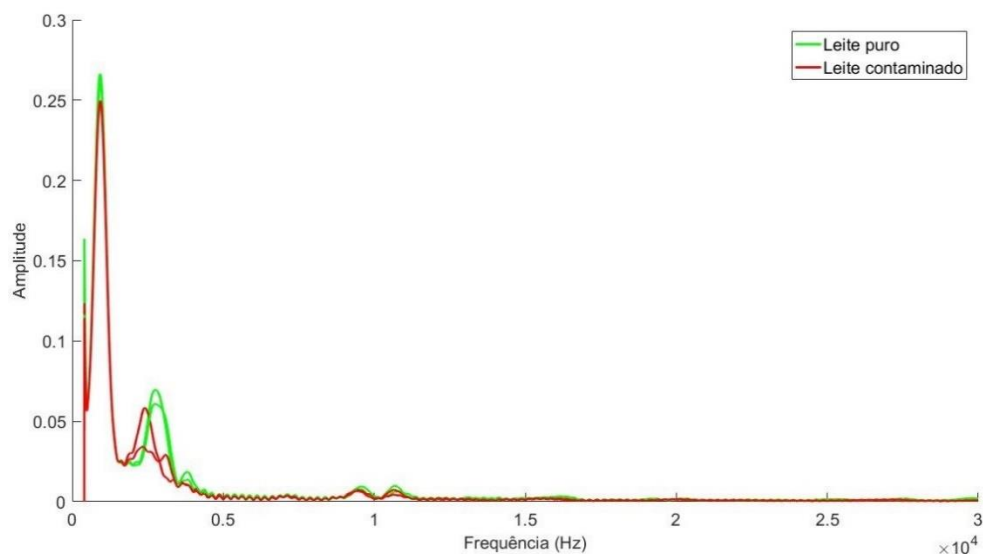
A Tabela 7 apresenta as métricas obtidas, e a partir delas, nota-se que não é possível utilizar nenhum parâmetro individual para separar o adulterante. Todavia são é notável que a média do parâmetro banda média ( $\omega_c$ ) é 9,65% maior do que no leite puro.

Tabela 7: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	26,123	27,397	38,476
$\omega_c$	58652	60986	66952	63011	66874	80136
$B_{Av}$	8752	8915	9171	8336	8581	9526

A Figura 19 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar respostas significativamente diferentes entre as frequências de 2 kHz e 4 kHz.

Figura 19: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 0,5% de peróxido de hidrogênio.



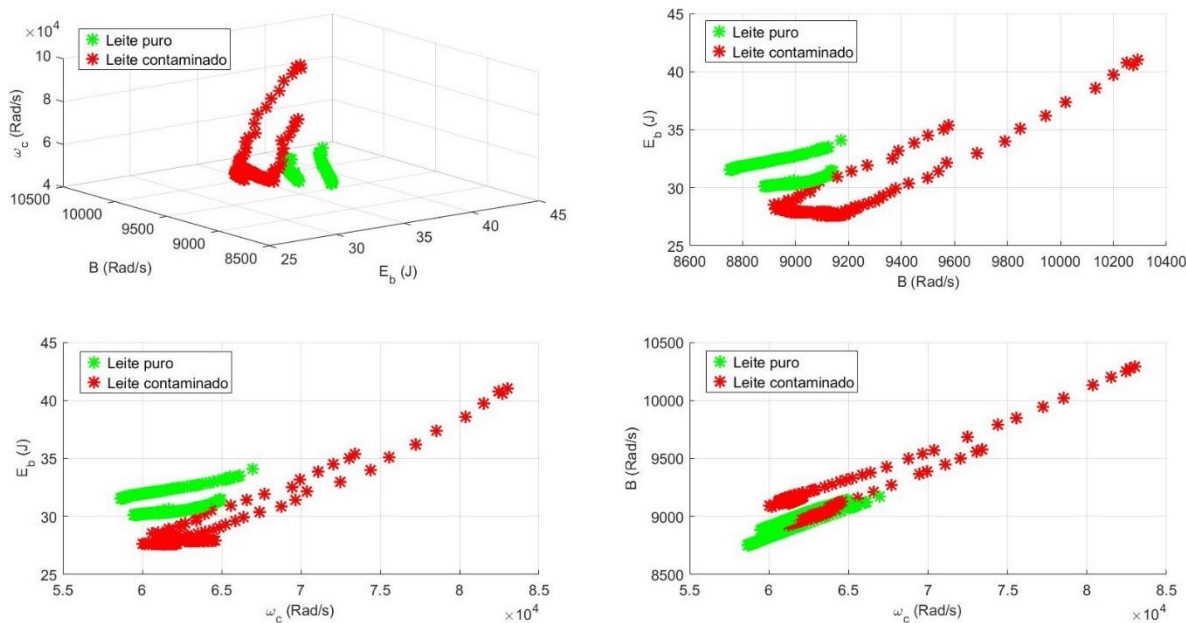
Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.6 Leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio

A Figura 20 ilustra a resposta do processamento dos dados dos ensaios com a amostra de leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio e com a amostra de leite puro. O mapa 3D da figura demonstra que os pontos dos ensaios das diferentes amostras estão separados no espaço, mas há uma intersecção em alguns pontos com o leite puro. Assim faz-se necessário realizar mais de um ensaio para este adulterante e fazer uma média dos parâmetros extraídos.

Nenhum dos mapas 2D da Figura 20 foi capaz de separar completamente o leite puro do adulterado.

Figura 20: Mapa 3D de classificação da técnica cromática e suas projeções de mapas 2D para analisar pares de parâmetros da amostra de leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Apesar deste adulterante ser o único dentre os analisados que não foi separado completamente do leite puro, as métricas dos ensaios podem indicar que é possível aferir que o leite está adulterado.

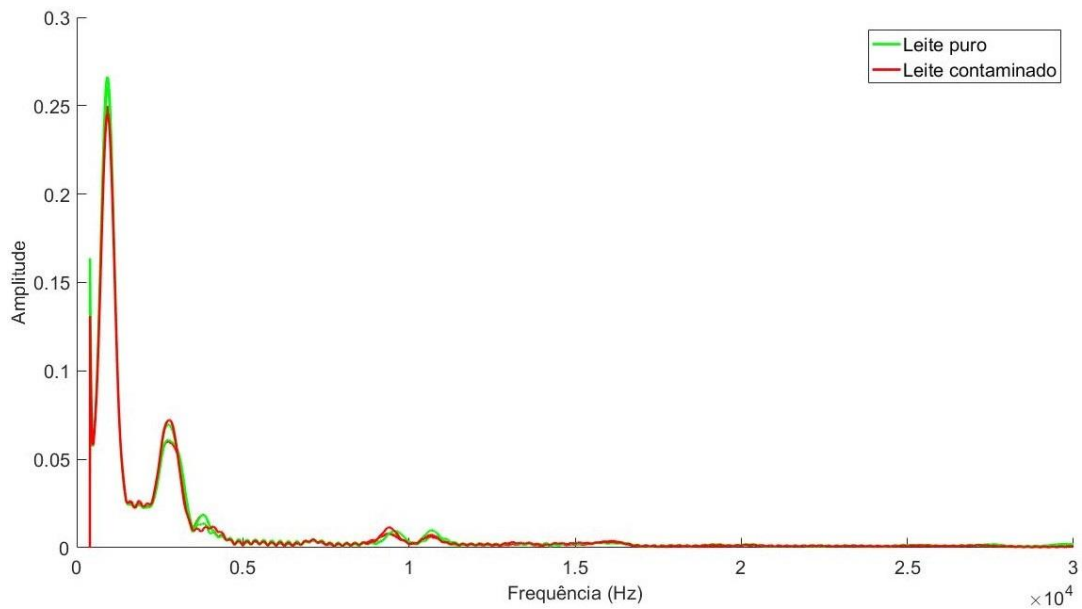
Observando na Tabela 8 que a média do parâmetro energia ( $E_b$ ) é 7,88% menor no leite adulterado em relação ao leite puro e a média do parâmetro banda média ( $\omega_c$ ) é 4,1% maior é possível classificar leite adulterado.

Tabela 8: Parâmetros extraídos pela CT para leite puro e adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio.

Parâmetro	Leite Puro			Leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio		
	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo
$E_b$	30,122	31,247	34,092	27,603	28,784	41,02
$\omega_c$	58652	60986	66952	60020	63486	83015
$B_{Av}$	8752	8915	9171	8918	9151	10291

A Figura 21 apresenta as médias das FFTs dos quatro blocos de ensaios analisados acima, é possível notar que não é possível distinguir os sinais apenas com a FFT.

Figura 21: Média das FFTs dos ensaios comparando a amostra de leite puro e de leite adulterado com 1% de peróxido de hidrogênio.

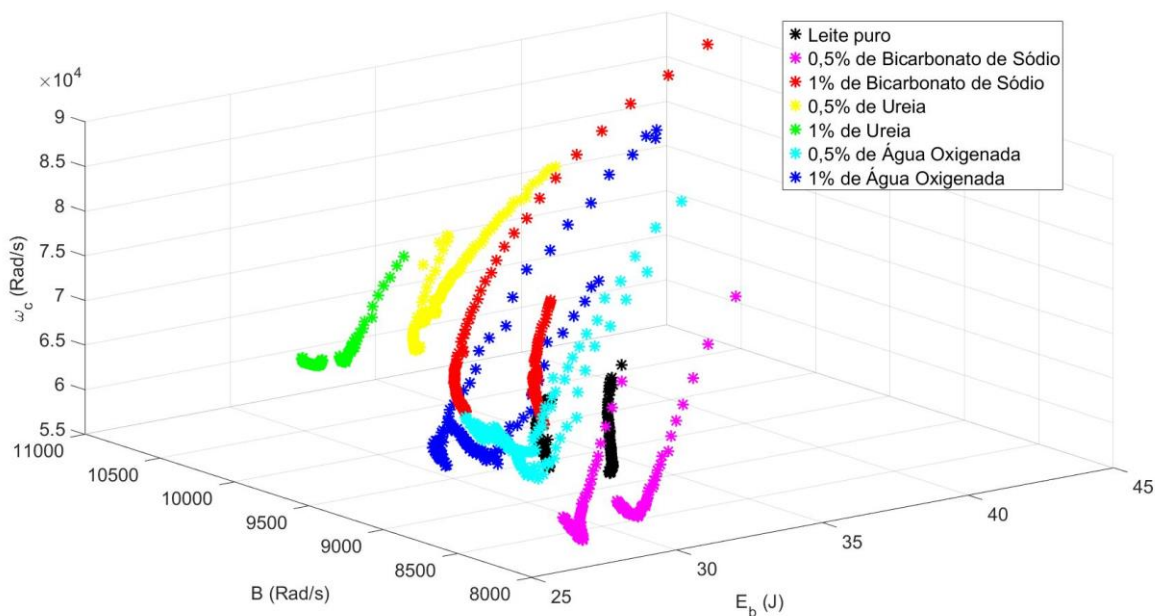


Fonte: Elaborado pelo autor.

## 5.7 Comparação entre todas as adulterações analisadas

A Figura 22 mostra os resultados obtidos de todas as adulterações e o leite puro a partir da CT no mesmo mapa de classificação, é possível notar que estão em regiões distintas no mapa tridimensional, mas estão próximos dos pontos das respostas obtidas de outro sinal. Por isso não é possível por meio desta técnica distinguir diferentes adulterantes e suas concentrações, por não ter um padrão de dispersão no espaço. Mas é possível classificar o leite como puro ou adulterado, portanto é suficiente para uma triagem do leite.

Figura 22: Mapa de classificação 3D da técnica cromática.



Fonte: Elaborado pelo autor.

## Conclusão

Sensores aplicados no controle de qualidade do leite são importantes ferramentas para assegurar uma melhor qualidade do produto para os consumidores. Nesse cenário, um par de diafragmas piezelétricos de baixo custo e técnicas de processamento de sinais (técnica cromática) foram utilizados a fim de contribuir para uma metodologia qualitativa de avaliação mais barata e rápida no que tange à presença de adulterantes no leite. Nesse contexto, destacam-se as seguintes conclusões:

1. O emprego de diafragmas piezelétricos de baixo custo e a aplicação da técnica cromática são capazes de diferenciar amostras de leite puro de amostras de leite adulterado com ureia, peróxido de hidrogênio e bicarbonato de sódio nas concentrações de 0,5% e 1% usando como princípio a propagação de ondas acústicas;
2. Esta metodologia de triagem desenvolvida e testada vem de encontro às necessidades da fiscalização na identificação de adulterantes no leite, melhorando a realidade atual de análises no que tange aspectos econômicos e a praticidade na utilização;
3. A metodologia estudada neste trabalho tem um grande potencial para preencher o papel de triagem para o leite “*on-the-go*” sem a necessidade do envio de amostras aos laboratórios especializados.

## Sugestão para trabalhos futuros

- Melhorar a vulnerabilidade do sistema aos ruídos eletromagnéticos, os quais fizeram que no processamento de sinais fossem desconsiderados os sinais de baixa frequência devido a interferências da rede elétrica durante os ensaios;
- Analisar a resposta da metodologia para mais tipos de adulterantes já identificados em fraudes como a formalina, a soda cáustica, os detergentes entre outros;
- Testar a metodologia em outros produtos alimentícios líquidos, como o azeite, produto que comumente sofre adulterações;
- Analisar outras técnicas de processamentos de sinais para fazer a extração das propriedades dos líquidos estudados;
- Verificar se existe uma correlação entre a resposta em frequência do sinal de resposta com as quantidades de gordura, proteína, vitaminas e água no leite;
- Avaliar o desempenho da metodologia com outros tipos de sinais de excitação.

## Referências

- ABRANTES, M. R. et al. Fraude em leite: Métodos de detecção e implicações para o consumidor. **Rev Inst Adolfo Lutz**, São Paulo, 2014. 244-251. DOI: 10.18241/0073-98552014731611
- AFZAL, A. et al. Adulteration and Microbiological Quality of Milk (A Review). **Pakistan Journal Nutrition**, Pakistan, 2011. 1195-1202. DOI: 10.3923/pjn.2011.1195.1202
- ALMEIDA, T. V. **Detecção de Adulteração em Leite: Análises de Rotina e Espectroscopia de Infravermelho**. Escola de Veterinária e Zootecnia da Universidade Federal de Goiás. Goiania. 2013.
- ARDILA-REY, J. A. et al. A Comparison of Inductive Sensors in the Characterization of Partial Discharges and Electrical Noise Using the Chromatic Technique. **Sensors MDPI ECSA**, 29 Março 2018. 1-17. DOI: 10.3390/s18041021
- AZAD, T.; AHMED, S. Common milk adulteration and their detection techniques. **International Journal of Food Contamination**, 5 Dezembro 2016. 1-9. DOI: 10.1186/s40550-016-0045-3
- BENEVIDES, I. A.; VEIGA, A. Aspectos históricos, fisiológicos e antroposóficos do leite na alimentação humana: uma introdução ao tema. **Arte Médica Ampliada Vol. 34**, Março 2014. 5-12.
- BHEMER, M. L. A. Tecnologia do leite: produção, industrialização e análise. **13a ed. São Paulo (SP): Nobel**, 1999.
- BRASIL. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União**, Dezembro dez. 2006.
- BRASIL. Ministério da Agricultura. Decreto n° 30.691 de 29/03/1952 e alterado pela última vez pelo Decreto n° 6.385, de 27 de fevereiro de 2008. Regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal - RIISPOA. **Diário Oficial da União, Brasília, DF, Seção 1**, 27 Fevereiro 2008. 10785.
- BUDOYA, D. et al. Analysis of Piezoelectric Diaphragms in Impedance-Based Damage Detection in Large Structures. **Proceedings ECSA MDPI**, 14 Novembro 2017. 1-6. DOI: 10.3390/ecsa-4-04896

CASTRO, B. A. **Localização de descargas parciais em transformadores de potência por meio de sensores piezelétricos de baixo custo e sistemas inteligentes**. Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista. Bauru, p. 1-148. 2016.

CASTRO, B. A. et al. Low Cost System for Partial Discharge Monitoring in Power Transformers by Piezoelectric Sensors. **IEEE Latin America Transactions**, 7 Julho 2016. 3225-3231. DOI: 10.1109/TLA.2016.7587624

CASTRO, B. A. et al. Assessment of Macro Fiber Composite Sensors for Measurement of Acoustic Partial Discharge Signals in Power Transformers. **IEEE Sensors Journal**, 18 Setembro 2017. 6090-6099. DOI: 10.1109/JSEN.2017.2735858

CASTRO, B. A. et al. Impedance-based Structural Health Monitoring Under Low Signal-to-Noise Ratio Conditions. **European Workshop on Structural Health Monitoring**, Manchester, United Kingdom, 10 Julho 2018. 1-12.

CHENG, R. S.; VERDÚ, S. Capacity of Root-Mean-Square Bandlimited Gaussian Multiuser Channels. **IEEE Transactions on Information Theory**, 3 Maio 1991. 453-465. DOI: 10.1109/18.79901

DAHME, F. et al. Acoustic Emission of Composites Structures: Story, Success, and Challenge. **International Congress on Ultrasonics**, 2015. 599-603. DOI: 10.1016/j.phpro.2015.08.031

DAVE, A. et al. Ultrasonic Sensing System for detecting water adulteration in milk. **IEEE Region 10 Conference (TENCON) - Proceedings of the International Conference**, 22 Novembro 2016. 2228-2231. DOI: 10.1109/TENCON.2016.7848424

DURANTE, G. et al. Electrical Impedance Sensor for Real-Time Detection of Bovine Milk Adulteration. **IEEE Sensors Journal**, 15 Fevereiro 2016. 861-865. DOI: 10.1109/JSEN.2015.2494624

DURANTE, G. et al. Electrical Impedance Sensor for Real-Time Detection of Bovine Milk Adulteration. **IEEE Sens. J.**, 15 Fevereiro 2016. 861-865.

ELLIS, D. I. et al. Fingerprinting food: current technologies for the detection of food adulteration and contamination. **Chemical Society Reviews**, 7 Setembro 2012. 5569-5868. DOI: 10.1039/c2cs35138b

EMBRAPA. **Anuário leite**. Embrapa. São Paulo, p. 1-116. 2018.

FAGNANI, R. **Principais fraudes em leite**. Piracicaba, p. 1-5. 2016.

FREITAS, E. S. D. **Desenvolvimento de um modelo eletromecânico para diafragmas piezolétrico utilizados em sistemas de monitoramento de integridade estrutural**. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho". Bauru, p. 1-75. 2018.

FREITAS, E. S. et al. Equivalent Circuit of Piezoelectric Diaphragms for Impedance-Based Structural Health Monitoring Applications. **IEEE Sensors Journal**, 17 Setembro 2017. 5537-5546. DOI: 10.1109/JSEN.2017.2725946

JAKUBCZYK, E. et al. A complex approach to assessing properties of aerated agar-fructose gels: Application of acoustic emission technique. **Food Hydrocolloids**, 4 Janeiro 2019. 66-75. DOI: 10.1016/j.foodhyd.2019.01.013

JONES, G. R. et al. The Gabor transform basis of chromatic monitoring. **Measurement Science and Technology**, 11 Fevereiro 2000. 489–498. DOI: 10.1088/0957-0233/11/5/307

KAMTHANIA, M. et al. Milk Adulteration: Methods of Detection & Remedial Measures. **National Conference on Synergetic Trends in engineering and Technology**, 29 Julho 2014. 6. DOI: 10.13140/2.1.2386.7524

KANDPAL, S. D. et al. Estimation of quality of raw milk (Open & branded) by milk adulteration testing kit. **Indian Journal of Community Health**, Julho 2012. 188-192.

KARTHEEK, M. et al. Determination of Adulterants in Food: A Review. **Journal of Chemical and Pharmaceutical Research**, 2011. 629-636.

MABROOK, M. F.; PETTY, M. C. A novel technique for the detection of added water to full fat milk using single frequency admittance measurements. **Sci. Direct Sens. Actuators**, 27 Maio 2016. 215–218. DOI: 10.1016/S0925-4005(03)00527-6

MAIO, C. E. B. **Técnicas para monitoramento de integridade estrutural usando sensores e atuadores piezoelétricos**. Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade São Paulo. São Carlos, p. 1-113. 2011.

MEITZLER, A. H. et al. **An American National Standard: IEEE Standard on Piezoelectricity**. New York. 1988. DOI: 10.1109/T-SU.1984.31464

MURATA. Murata Piezoelectric Diaphragms. **Piezoelectric Diaphragms**, 11 Outubro 2018. Disponível em: <<https://www.murata.com/en-us/products/sound/diaphragm>>.

NEUMANN, C. et al. Contribution of animal source foods in improving diet quality and function in children in the developing world. **Nutrition Research, Elsevier**, 1 Fevereiro 2002. 193–220. DOI: 10.1016/S0271-5317(01)00374-8

OLIVEIRA, C. A. F. et al. Aspectos relacionados à produção que influenciam a qualidade do leite. **Higiene Alimentar**, São Paulo, 1999. 10-16.

POONIA, A. et al. Detection of adulteration in milk: A review. **International Journal of Dairy Technology**, Novembro 2016. 1-20. DOI: 10.1111/1471-0307.12274

REDDY, D. M. et al. Adulteration of milk and its detection: A review. **International Journal of Chemical Studies**, 6 Junho 2017. 613-617.

ROSA-CAMPOS, A. A. et al. Avaliação físico-química e pesquisa de fraudes em leite pasteurizado integral tipo "C" produzido na região de Brasília, Distrito Federal. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Março 2011. 30-34.

SADAT, A. et al. Determining the adulteration of natural milk with synthetic milk using ac conductance measurement. **Journal of food engineering, Science Direct**, 21 Outubro 2006. 472–477. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2005.06.062

SILVA, L. C. C. et al. Preservatives and neutralizing substances in milk: analytical sensitivity of official specific and nonspecific tests, microbial inhibition effect, and residue persistence in milk. **Ciência Rural**, Santa Catarina, 2015. 1613-1618. DOI: 10.1590/0103-8478cr20141013

SINGH, V. R.; DWIVED, S. Ultrasonic Detection of Adulteration in Fluid Foods. **Proceedings RC IEEE-EMBS**, 15 Fevereiro 1995. 73-74. DOI: 10.1109/RCEMBS.1995.508696

SOARES, A. K. C. et al. Boas Práticas de Fabricação em uma Indústria de Laticínios do Agreste Paraibano. **Higiene Alimentar**, São Paulo, 25, 2011. 30-33.

SOUSA, D. D. P. **Consumo de produtos lácteos informais, um perigo para saúde pública. Estudo fatores relacionados a esse consumo no município de Jacareí, SP**. Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia da Universidade de São Paulo. São Paulo. 2005.

SUN, D. **Modern Techniques for Food Authentication**. First edition. ed. Dublin: Elsevier, 2018. 1-720 p.